



# Evaluation de condensateurs enterrés à base de composites céramique/polymère pour des applications à hautes fréquences

Massar Wade

## ► To cite this version:

Massar Wade. Evaluation de condensateurs enterrés à base de composites céramique/polymère pour des applications à hautes fréquences. Electronique. Université de Bordeaux, 2015. Français. NNT : 2015BORD0156 . tel-01245642

**HAL Id: tel-01245642**

**<https://theses.hal.science/tel-01245642>**

Submitted on 17 Dec 2015

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° d'ordre :

# THESE

présentée à

## L'UNIVERSITE de BORDEAUX

ECOLE DOCTORALE DES SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGENIEUR

**Par Massar WADE**

POUR OBTENIR LE GRADE DE

**DOCTEUR**

SPECIALITE : Electronique

.....

### **EVALUATION DE CONDENSATEURS ENTERRES A BASE DE COMPOSITES CERAMIQUE/POLYMERE POUR DES APPLICATIONS A HAUTES FREQUENCES**

.....

Soutenance le : 21 septembre 2015

Après avis de :

<b>Monsieur Gilles DESPAUX</b>	Professeur, université de Montpellier	Rapporteur
<b>Monsieur Jean Pierre LANDESMAN</b>	Professeur, université de Rennes	Rapporteur

Devant la commission d'examen formée de :

<b>Madame Isabelle BORD-MAJEK</b>	MCF, université de Bordeaux	Co-encadrante de thèse
<b>Monsieur Gilles DESPAUX</b>	Professeur, université de Montpellier	Rapporteur
<b>Monsieur Tristan DUBOIS</b>	MCF, université de Bordeaux	Examineur
<b>Madame Geneviève DUCHAMP</b>	Professeur, université de Bordeaux	Directrice de thèse
<b>Monsieur Jean Pierre LANDESMAN</b>	Professeur, université de Rennes	Rapporteur
<b>Monsieur Serge VERDEYME</b>	Professeur, université de Limoges	Président du Jury
<b>Monsieur Jean Yves GONDOUIN</b>	Industriel, A&P LITHOS	Invité
<b>Monsieur Fabien ROUGE</b>	Ingénieur, société POLYRISE	Invité





## REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire de l'Intégration du Matériau au Système (IMS), Université de Bordeaux. Il a bénéficié du support de la région Aquitaine et du Laboratoire IMS, dans le cadre du projet ECOPACEM.

J'adresse des remerciements particuliers et assure toute ma reconnaissance à mes deux responsables de thèse, Madame Geneviève DUCHAMP et Madame Isabelle BORD-MAJEK pour leur soutien et les conseils qu'elles ont su m'apporter durant mes trois années de thèse. Je voudrais leur adresser de chaleureux remerciements pour la confiance qu'elles m'ont accordée, la rigueur et la qualité avec laquelle elles ont su encadrer mon travail. Les nombreuses discussions que nous avons pu avoir tout au long de travaux m'ont permis d'éclaircir ma vision des choses. Je les remercie enfin pour l'effort des corrections qu'elles ont apportées à ce manuscrit.

J'assure mon entière reconnaissance à Monsieur Tristan DUBOIS, qui a participé à l'encadrement de mes travaux, pour les nombreux échanges que nous avons partagés. Je tiens à souligner sa sympathie, sa disponibilité, mais également la pertinence de ses remarques.

J'adresse mes plus vifs remerciements à Monsieur Gilles DESPAUX et à Monsieur Jean Pierre LANDESMAN d'avoir été rapporteurs de cette thèse. Je leur suis particulièrement reconnaissant de la qualité des conseils concernant le manuscrit.

Mes remerciements vont également à Monsieur Serge VERDEYME qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse.

Un grand merci à Monsieur Jean Yves GONDOUIN d'avoir accepté mon invitation, je désire lui exprimer ma profonde gratitude. Je lui témoigne de ma sincère reconnaissance pour ses encouragements, sa sympathie, sa disponibilité, son aide mais également la qualité de ses conseils.

J'adresse mes remerciements à Gilles PHILIPPOT et Cyril AYMONIER et tous les membres de POLYRISE particulièrement à Fabien ROUGE et à Matthieu pour la collaboration et les nombreuses discussions que nous avons échangées.

J'exprime mes sincères remerciements à toute l'équipe PACE, notamment Hélène FREMONT et Alexandrine GARCIA, par les nombreuses réunions d'équipe qui m'ont permis d'améliorer la qualité de mes présentations.

Je voudrais exprimer toute ma gratitude à l'équipe EDMINA, particulièrement à Laurent BECHOU en qui je porte une totale admiration, par sa volonté, son enthousiasme mais également sa disponibilité, à Yves OUTEN, sa sympathie et nos échanges aussi intéressants que riches.

J'adresse mes sincères remerciements à Bruno LEVRIER par sa disponibilité, sa sympathie mais également toute l'aide portée sur les mesures électriques.

Merci à Laurence PERRIER, Fabrice BONNAUDIN et Gilles RUFFIE, Mehdi, Issam, Wissam, Zaya, N. Mbaye, Simone DANG VAN, B. PLANO, PAMELA, Siham, Ala, Frédéric DARRACQ.

J'adresse des remerciements particuliers à Florence MACHARD, Jean Pierre LAINE, Cheikh Tidiane N'DIAYE, Marie PRADO, Cheikh DIAKHATE, Abdoulaye SIDIBE, Moulaye SEYDI qui ont chacun contribué à leurs manières durant dans mon parcours.

Enfin, je remercie toute ma famille (WADE, SEYDI, DIOUF, CAMARA), mon père, ma mère adorée, ma tante F. B. SANE mes frères et sœurs, cousins et cousines, ma femme, et ma fille princesse Diéna.

**Dédicace**

**à ce grand Monsieur,**

**Babacar WADE**

## SOMMAIRE

<b>Introduction générale.....</b>	<b>16</b>
<b>Chapitre I : Condensateurs enterrés à base de matériaux hybrides céramique/polymère: Etat de l'art .....</b>	<b>22</b>
I.1 Introduction.....	22
I.2 Contexte de l'étude .....	22
I.2.1 Généralités sur les composants passifs .....	22
I.2.2 Marché des composants passifs .....	25
I.2.3 Evolution des composants passifs.....	27
I.2.3.1 Composants traversants (through hole components) .....	28
I.2.3.2 Composants montés en surface ou CMS .....	28
I.2.3.3 Composants enterrés .....	30
I.2.4 Composants passifs : cas des condensateurs.....	32
I.2.5 Exemple d'application de condensateurs enterrés .....	32
I.3 Condensateurs à base de matériaux hybrides céramique/polymère.....	35
I.3.1 Intérêt des matériaux hybrides céramique/polymère .....	35
I.3.2 Généralités sur les polymères .....	36
I.3.3 Particules de céramique : BaTiO <sub>3</sub> et BaSrTiO <sub>3</sub> .....	37
I.4 Couches diélectriques pour condensateurs enterrés.....	38
I.4.1 Etat de l'art des matériaux hybrides céramique/polymère.....	39
I.4.2 Couches capacitives commerciales .....	43
I.5 Technologie cœur@écorce .....	46
I.6 Conclusion .....	47
<b>Chapitre II : Etude et développement de matériaux hybrides céramique/polymère pour condensateurs enterrés .....</b>	<b>52</b>
II.1 Introduction .....	52
II.2 Mécanismes et grandeurs fondamentales .....	52

II.2.1 Polarisation .....	52
II.2.2 Permittivité et pertes diélectriques.....	55
II.3 Matériaux diélectriques étudiés .....	57
II.4 Mise en forme des matériaux par sérigraphie [Bor06] .....	60
II.4.1 Préparation des écrans .....	61
II.4.2 Dépôt du diélectrique.....	63
II.4.3 Assemblage et traitement thermique du condensateur .....	65
II.5 Protocole expérimental de réalisation des condensateurs.....	65
II.5.1 Protocole n°1 : composite classique (non cœur@écorce) .....	65
II.5.2 Protocole n°2 : composite cœur@écorce.....	66
II.6 Observation et caractérisation physico-chimique des couches.....	67
II.6.1 Intérêt et objectifs de l'analyse MEB des matériaux considérés .....	67
II.6.2 Analyse de la composition chimique par EDX .....	68
II.6.3 Observations MEB .....	71
II.6.4 Détermination de l'épaisseur des couches par micro-section .....	72
II.7 Conclusion .....	73
<b>Chapitre III : Caractérisation électrique des matériaux hybrides céramique/polymère</b>	<b>78</b>
III.1 Introduction .....	78
III.2 Caractérisation électrique : détermination de la permittivité et des pertes diélectriques .	78



III.2.1 Techniques de caractérisation électrique des matériaux composites .....	78
III.2.2 Caractérisation électrique en basse fréquence [10 kHz - 10 MHz] .....	79
III.2.2.1 Description du banc de mesure .....	79
III.2.2.2 Méthodologie d'extraction de la permittivité relative et des pertes diélectriques .....	80
III.2.3 Caractérisation électrique en haute fréquence [1 GHz – 5 GHz] .....	82
III.2.3.1 Principe de la mesure par sonde à effet de bout .....	82
III.2.3.2 Fabrication de la pastille .....	87
III.2.4 Résultats et discussions .....	87
III.2.4.1 Détermination des propriétés diélectriques en basse fréquence .....	88
III.2.4.2 Détermination des propriétés diélectriques en haute fréquence .....	93
III.3 Mesures de courant de fuite .....	93
III.4 Mesures Piézoélectriques .....	96
III.4.1 Définition.....	96
III.4.2 Présentation du banc de mesure piézoélectrique .....	97
III.4.3 Résultats des mesures piézoélectriques .....	97
III.5 Conclusion.....	98
<b>Chapitre IV : Etude de condensateurs enterrés .....</b>	<b>102</b>
IV.1 Introduction .....	102
IV.2 Présentation des logiciels de simulation (ADS, Momentum et HFSS).....	102
IV.2.1 ADS-Momentum.....	103
IV.2.2 HFSS .....	103
IV.3 Notions préliminaires – Rappels .....	104
IV.3.1 Lignes micro-ruban .....	104
IV.3.2 Paramètres S .....	107
IV.3.3 Matrices de chaîne.....	108
IV.3.4 Représentation matricielle de quelques quadripôles usuels .....	109
IV.4 Banc de mesures.....	110

IV.4.1 Analyseur de réseaux vectoriel .....	111
IV.4.2 Techniques de de-embedding.....	112
IV.4.2.1 Méthode open-short .....	113
IV.4.2.2 Méthode par association de quadripôles .....	114
IV.5 Etude fréquentielle du condensateur plan et semi-enterré .....	115
IV.5.1 Condensateur plan.....	115
IV.5.2 Condensateur semi-enterré.....	117
IV.5.3 Conclusion partielle .....	120
IV.6 Structures enterrées .....	120
IV.6.1 Présentation des structures de test du condensateur enterré.....	120
IV.6.1.1 Configuration parallèle .....	120
IV.6.1.2 Configuration série.....	121
IV.6.1.3 Kit de de-embedding.....	121
IV.6.2 Méthodologie d'étude .....	122
IV.6.3 Résultats .....	125
IV.6.3.1 Configuration parallèle .....	125
IV.6.3.2 Configuration série.....	128
IV.6.4 Conclusion sur les structures en parallèle et en série .....	131
IV.7 Influence des vias d'interconnexion et de la géométrie des électrodes .....	132
IV.7.1 Description des structures simulées .....	132
IV.7.2 Influence du nombre vias d'interconnexion.....	133
IV.7.3 Influence de la géométrie des électrodes .....	134
IV.7.4 Influence de la position des vias .....	137
IV.7.5 Discussion des résultats sur les règles de conception .....	138
IV.8 Conclusion .....	138
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>144</b>
<b>Références Bibliographiques.....</b>	<b>150</b>
<b>Annexe .....</b>	<b>164</b>

## LISTE DES FIGURES

---

Figure I.1 : Répartition du nombre de composants électroniques sur une carte .....	23
Figure I.2 : Marché des composants passifs en Europe de 2011-2013 [Die13] .....	25
Figure I.3 : Marché mondial des composants électroniques en 2012 [GIX13] .....	26
Figure I.4 a) Augmentation du nombre de fabricants de PCB qui utilisent les condensateurs enterrés de 3M [PEI]. b) Comparaison du coût de différentes technologies de passifs en fonction de la densité de composants [3M11].....	27
Figure I.5 : Evolution des composants passifs [Fer10] .....	27
Figure I.6 : Composants traversants.....	28
Figure I.7 : Technologie des composants CMS .....	29
Figure I.8 : Vue en coupe d'un PCB avec composants CMS et couches enterrées [Uhe].....	30
Figure I.9 : Couches capacitatives enterrées [Mut07] .....	31
Figure I.10 : Technologies condensateurs : a) monté en surface b) enterré dans le circuit imprimé [Fer01].....	33
Figure I.11 : Comparaison des modules de l'impédance de condensateurs discrets CMS et des condensateurs enterrés [And <sup>2</sup> ] .....	34
Figure I.12 : Matériaux hybrides céramique/polymère [Xu06].....	36
Figure I.13 : Représentation des structures cubiques et quadratiques du BaTiO <sub>3</sub> .....	38
Figure I.14 : Représentation d'une couche capacitive.....	38
Figure I.15 Variation de $\epsilon$ et $\tan\delta$ du BT/polyetherimide en fonction de la fréquence pour les charges de 10, 20, 30, 40 et 50 % de BT [Cha10].....	40
Figure I.16 : Variation de la permittivité diélectrique des nanocomposites BaTiO <sub>3</sub> /PVDF en fonction de la fréquence pour diverses tailles de BaTiO <sub>3</sub> [Mao10] .....	41
Figure I.17 : Variation de la permittivité diélectrique des nanocomposites BaTiO <sub>3</sub> /PVDF à 1,14kHz en fonction de la taille des particules de BaTiO <sub>3</sub> [Mao10].....	42
Figure I.18 : Structure des particules de titanate de baryum de taille submicronique [Wad08] .....	43
Figure I.19 : Variation de la permittivité diélectrique en fonction de la taille des nanoparticules de BaTiO <sub>3</sub> synthétisées sous vide [Wad08].....	43

Figure I.20 : a) Couche diélectrique et b) vue en coupe (section) de matériaux diélectriques dans une couche capacitive [OAK] .....	44
Figure I.21 : Technologie cœur@écorce développée par Polyrise .....	46
Figure I.22 : Variation de $\varepsilon$ du cœur@écorce en fonction de la fréquence pour les charges massiques: 7, 26 et 41 % de BT (cœur) .....	47
Figure II.1: a) Circuit équivalent d'un diélectrique et b) représentation du courant et de la tension dans le plan complexe .....	56
Figure II.2 : Variation de la permittivité diélectrique en fonction de la fréquence .....	57
Figure II.3 : Nanoparticules de BT-BST synthétisées par ICMCB [Gil14] .....	59
Figure II.4 : Technologie cœur@écorce.....	59
Figure II.5 : Etapes du procédé standard de dépôt par sérigraphie.....	61
Figure II.6 : Maille d'une toile constituant un écran de sérigraphie.....	61
Figure II.7 : Préparation d'un écran de sérigraphie .....	62
Figure II.8 : Insolation aux UV .....	63
Figure II.9 : a) écran vierge (325 meshes, 45°), b) écran avec émulsion et c) typon .....	63
Figure II.10 : Feuillet de cuivre.....	63
Figure II.11 : Schéma de la machine à sérigraphier du laboratoire IMS.....	64
Figure II.12 : Principe de l'impression sérigraphique.....	65
Figure II.13 : Etapes de fabrication des condensateurs .....	66
Figure II.14 : Illustration des notions de dispersion et de distribution .....	68
Figure II.15 : Mesure de l'épaisseur d'un condensateur plan par microsection .....	73
Figure III.1 : Techniques de caractérisation électrique dans une large gamme de fréquence, en température (T), et sous champ électrique (E) [Hub03] .....	79
Figure III.2 : Illustration du banc de mesure des condensateurs plans .....	80
Figure III.3 : a) Cellule avec plan de masse ; b) Schéma électrique équivalent .....	82
Figure III.4 : Banc de mesure de matériaux à l'aide d'une sonde à effet de bout .....	83
Figure III.5 : Schéma descriptif des étapes de mesure .....	84
Figure III.6 : a) Dispositif de fabrication de pastille ; b) Pastille fabriquée .....	87
Figure III.7 : a) Variation de la permittivité diélectrique, b) et de la tangente de pertes en fonction du temps de polymérisation dans la gamme de [10 kHz-10 MHz] .....	89
Figure III.8 : a) variation de la permittivité diélectrique et, b) de la tangente de pertes dans la gamme de [10 kHz - 10 MHz] .....	89
Figure III.9 : a) variation de la permittivité diélectrique et, b) de la tangente de pertes dans la gamme de [10 kHz - 10 MHz] .....	90
Figure III.10 : Représentation de la permittivité et de la tangente de pertes de la série III (In-GC) dans la gamme de 1 GHz à 5 GHz.....	93
Figure III.11 : Modèle équivalent intrinsèque d'un condensateur.....	94
Figure III.12 : Principe de mesure de courant de fuite .....	94
Figure III.13 : Mesures de courant de fuite des séries a) III (In-GC) et b) IV(In-Po) .....	95
Figure III.14 : Illustration des effets piézoélectriques d'un matériau en céramique : [Lou13] a) effet direct et b) effet inverse .....	96
Figure III.15 : Banc de mesure piézoélectrique .....	97

Figure III.16 : Mesure piézoélectrique pour les concentrations massiques de 27 et 60% de BaTiO <sub>3</sub> .....	98
Figure IV.1 : a) Structure d'une ligne micro-ruban ; b) Lignes de champ lorsqu'un signal haute fréquence se propage dans une ligne micro-ruban.....	105
Figure IV.2 : Structure une ligne micro-ruban multicouche .....	106
Figure IV.3 : Quadripôle avec ces accès .....	107
Figure IV.4 : Quadripôle avec ses accès .....	107
Figure IV.5 : Associations de quadripôles en cascade .....	109
Figure IV.6 : Banc de mesure .....	111
Figure IV.7 : Schéma électrique des standards utilisés dans la SOLT .....	112
Figure IV.8 : Technique de de-embedding pour l'extraction des paramètres électriques du DUT .....	113
Figure IV.9 : Technique de de-embedding à l'aide les matrices T.....	114
Figure IV.10 : a) Schéma du condensateur plan ; b) Vue en coupe .....	115
Figure IV.11 : a) Modèle électrique équivalent du condensateur plan ; b) impédance du condensateur .....	116
Figure IV.12 : Variation de l'impédance en fonction de la fréquence dans la gamme [10MHz à 1.2GHz].....	116
Figure IV.13 : Représentation du condensateur semi-enterré .....	117
Figure IV.14 : Méthode de de-embedding pour l'extraction de paramètres électriques du DUT (Device Under Test) .....	118
Figure IV.15 : Structures de de-embedding ; (a) circuit ouvert, b) structure de test et c) court-circuit.....	118
Figure IV.16 : Comparaison des résultats de simulation de la structure semi-enterrée avant et après de-embedding dans la gamme [10MHz à 1.2GHz].....	119
Figure IV.17 : Comparaison des résultats de simulation sous Momentum et HFSS [10MHz à 1.2GHz] .....	119
Figure IV.18 : Structure du condensateur enterré en configuration parallèle.....	120
Figure IV.19 : Structures du condensateur enterré en configuration série .....	121
Figure IV.20 : Structures de test pour la caractérisation de condensateur enterré monté en parallèle .....	121
Figure IV.21 : Structures de de-embedding .....	122
Figure IV.22 : Méthodologie pour l'étude du condensateur enterré : permittivité fixe.....	123
Figure IV.23 : Méthodologie pour l'étude du condensateur enterré : permittivité variable .....	124
Figure IV.24 : Comparaison de résultats de mesure et simulation EM (HFSS) [100 kHz - 3 GHz] .....	125
Figure IV.25 : Comparaison entre les résultats de simulations et de mesure .....	126
Figure IV.26 : Variation de la permittivité relative du DUT pour les épaisseurs de 50 µm et 100 µm dans la gamme de fréquence [100 kHz - 1,8 GHz] .....	127
Figure IV.27 : Comparaison des résultats de mesure et de simulation EM .....	128
Figure IV.28 : Résultats de mesure et simulation des coefficients de réflexion et de transmission du circuit ouvert (open) .....	129
Figure IV.29 : Résultats de mesure et simulation des coefficients de réflexion et de transmission du court-circuit (short) .....	129
Figure IV.30 : Comparaison des résultats de mesure et de simulations EM .....	130
Figure IV.31 : Comparaison des résultats de mesure et de simulation EM .....	131
Figure IV.32 : Modèles HFSS ; a) condensateur enterré 1 via et b) condensateur enterré 2 vias .....	133
Figure IV.33 : Impédance des structures enterrées avec 1 et 2 vias.....	133
Figure IV.34 : Différentes configurations étudiées des électrodes pour une même surface.....	134

Figure IV.35 : Modèle électrique du condensateur enterré 2 vias (figure IV.32-b) sous ADS .....	135
Figure IV.36 : Variation de l'impédance du condensateur en fonction de la fréquence pour deux configurations de la géométrie des électrodes .....	137
Figure IV.37 : Influence de la position des vias .....	137

## LISTE DES TABLEAUX

---

Tableau I.1: Rapport du nombre composants passifs/actifs pour différents appareils électroniques [Rec98] .....	24
Tableau I.2 : Comparaison composants passifs enterrés / composants CMS [Ger05] .....	31
Tableau I.3 : Applications et propriétés des condensateurs.....	32
Tableau I.4 : Avantages des condensateurs enterrés .....	34
Tableau I.5 : Permittivité relative et facteur de dissipation à 20°C de quelques polymères [Dub98] .....	37
Tableau I.6 : Récapitulatif des propriétés diélectriques de divers composites céramique/polymère étudiés dans la littérature .....	39
Tableau I.7 : Couches capacitatives commerciales .....	45
Tableau II.1: Synthèse des différents types de polarisation en fonction du domaine de fréquence [Hub03] .....	54
Tableau II.2 : Description des matériaux étudiés .....	58
Tableau II.3 : Répartition des éléments chimiques du composite (BaTiO <sub>3</sub> /polyester) à 27% de la série I (G-GC_1) .....	69
Tableau II.4 : Répartition des éléments chimiques du mélange hybride : a) III (In-GC)-(BaTiO <sub>3</sub> /polyester) b) N°IV (In-Po)-(BaTiO <sub>3</sub> @polyester) et c) III (Cl-GC)-(BaTiO <sub>3</sub> /polyester) .....	70
Tableau II.5 : Images MEB des particules la série I (G-GC_1) pour quatre taux de charge (0, 27, 41 et 60%) après réticulation.....	71
Tableau II.6 : Images MEB des particules des séries (I, III, IV et V) après réticulation.....	72
Tableau III.1 : Relations de passage [Agi00] .....	81
Tableau III.2 : Extraction directe des valeurs de capacités par point de fréquence .....	92
Tableau III.3 : Extraction directe des valeurs de capacités par point de fréquence des matériaux étudiés .....	92
Tableau III.4 : Valeurs permittivité et pertes diélectriques dans la littérature.....	93
Tableau III.5 : Description des matériaux étudiés .....	95
Tableau IV.1 : Caractéristiques électriques des substrats [Rog] .....	104
Tableau IV.2 : Matrices ABCD des quadripôles fondamentaux .....	110
Tableau IV.3 : Valeurs théoriques du condensateur plan .....	117

Tableau IV.4 : Comparaison de résultats de mesure et de simulations EM du DUT .....	127
Tableau IV.5 : Représentation de la valeur d'inductances en fonction de la géométrie des électrodes .....	136
Tableau IV.6 : Variation de l'inductance en fonction de la fréquence .....	138

## **INTRODUCTION GENERALE**







## Introduction générale

La miniaturisation croissante des systèmes électroniques implique de réduire la taille des composants électroniques, en particulier des composants passifs (condensateurs, résistances et inductances), volumineux et de surcroît nombreux. En effet, plus de la moitié de la surface des cartes électroniques est occupée par des composants passifs. Parmi eux, plus de la moitié sont des condensateurs.

Parallèlement, les circuits intégrés fonctionnant à des fréquences de plus en plus élevées (multi GHz) nécessitent des condensateurs qui doivent filtrer ou découpler des signaux dans des bandes passantes croissantes. En effet, les fabricants de composants passifs proposent des condensateurs montés en surface (CMS) de taille très petite mais leur report sur les circuits imprimés devient très délicat et pose des problèmes techniques lors de la production du circuit final. D'autre part, la technologie des condensateurs CMS limite leur utilisation en haute fréquence [Ala12]. C'est pour cette raison que les fabricants de circuits imprimés et les concepteurs de circuits de haute fréquence évaluent des alternatives compatibles avec les processus de fabrication des circuits imprimés (PCB) conventionnels. Pour cela, l'une des solutions est d'intégrer « enterrer » les couches capacitatives dans le circuit imprimé. Ainsi, d'une part l'utilisation de condensateurs enterrés réduit à la fois le nombre de composants CMS et le nombre de vias d'interconnexion, ce qui réduit l'inductance parasite, les interférences électromagnétiques (EMI) et améliore la qualité du signal [And] [Mcg]. D'autre part, l'utilisation de nouveaux matériaux, permet d'augmenter les valeurs de capacités. En effet, les matériaux hybrides céramique/polymère présentent des propriétés électriques particulières, tout en étant compatibles avec les procédés technologiques de fabrication des PCB. Les matériaux céramiques possèdent une constante diélectrique élevée et résistent à de très hautes températures, cependant il leur est impossible d'être déposés en couches minces car ils sont rigides et demeurent très fragiles. En revanche les polymères ont une faible constante diélectrique (généralement dans l'intervalle 2 à 10) [Cho10] mais sont très flexibles [Cho07] et donc aisément déposables en couche mince.

Pour répondre à toutes ces exigences, l'un des défis majeurs revient à :

- Fabriquer des condensateurs présentant une large gamme de valeurs de capacités et des pertes acceptables.

- Stabiliser un processus d'intégration des condensateurs à l'intérieur des couches internes des circuits imprimés.
- Etendre la fréquence de fonctionnement des condensateurs (multi GHz).

Dans ce contexte, ce travail présenté a ainsi pour but d'apporter une contribution à l'étude de condensateurs enterrés à base de matériaux hybrides céramique/polymère jusqu'à leurs intégrations à l'intérieur des couches internes des circuits imprimés. Ce manuscrit s'articule autour de quatre chapitres.

Dans le premier chapitre, après un rappel de la technologie des composants passifs, nous abordons tout particulièrement la technologie des condensateurs enterrés dans le circuit imprimé. Ensuite, nous présentons un état de l'art des condensateurs à base de matériaux hybrides céramique/polymère avec différents types de particules de céramique notamment le titanate de baryum ( $\text{BaTiO}_3$ ) et le titanate de strontium de baryum ( $\text{BaSrTiO}_3$ ). L'intérêt des structures cœur@écorce par rapport aux composites classiques céramique/polymère est aussi présenté. En fin de ce chapitre, nous présentons également les objectifs de ce travail.

Dans le deuxième chapitre, nous présentons les procédés de synthèse, de mise en forme et les caractérisations physico-chimiques des condensateurs à base de matériaux hybrides céramique/polymère.

Le troisième chapitre correspond aux caractérisations électriques de plusieurs gammes de matériaux hybrides céramique/polymère sur les bandes de fréquences comprises entre [10 kHz – 10 MHz] et [1 GHz – 5 GHz]. La permittivité et les pertes diélectriques seront évaluées. Ensuite, la dernière partie de ce chapitre est consacrée à l'évaluation du courant de fuite et du comportement piézoélectrique des matériaux composites sélectionnés.

Le quatrième et dernier chapitre est consacré à l'étude de l'évolution des caractéristiques du condensateur lors de son intégration dans le circuit imprimé. D'abord les outils de simulation électrique (ADS) et électromagnétique (HFSS et Momentun) et les notions préliminaires telles que les lignes micro-ruban, les paramètres S et les techniques de de-embedding, nécessaires à la caractérisation fréquentielle sont présentés. Deux structures enterrées sont réalisées, l'une montée en série et la seconde en parallèle. Dans les deux cas, l'étude s'effectue sur deux gammes de matériaux. La première présente une permittivité relative stable en fréquence alors que la seconde varie avec la fréquence. Enfin, pour améliorer la fréquence de fonctionnement des condensateurs enterrés, des règles de

conception permettant de comprendre l'influence des vias de connexions et de la géométrie des électrodes sur la fréquence de résonance du dispositif de test sont étudiées.



**CHAPITRE I : CONDENSATEURS ENTERRES A BASE DE  
MATERIAUX HYBRIDES CERAMIQUE/POLYMERE : ETAT DE  
L'ART**



# Chapitre I : Condensateurs enterrés à base de matériaux hybrides céramique/polymère: Etat de l'art

## I.1 Introduction

Les condensateurs enterrés reçoivent une attention particulière en raison des multiples intérêts qu'ils présentent pour les systèmes électroniques dans de nombreux domaines d'applications tels que : les télécommunications, l'automobile, l'aéronautique, les radars, les satellites, etc... En effet, les composants passifs représentent la majorité des composants présents sur une carte électronique ; parmi eux, plus de la moitié sont des condensateurs. Leur intégration entre les couches des circuits imprimés permet à la fois une augmentation des performances électriques, une amélioration de la fiabilité des cartes électroniques mais aussi un gain de place et de volume d'environ 44% sur la surface globale de la carte [Wan05].

La première partie de ce chapitre traite de l'état de l'art des composants passifs d'une manière générale. Nous nous intéressons ensuite en particulier aux condensateurs enterrés afin d'en comprendre les avantages (électriques, économiques) mais aussi les incidences sur la conception du circuit imprimé (Printed Circuit Board - PCB).

Dans la deuxième partie, nous nous focalisons sur les condensateurs à base de matériaux hybrides céramique/polymère. Cette partie permet de mettre en évidence les performances et les limites des matériaux existants qu'ils soient commercialisés ou en cours de développement dans des laboratoires de recherche, ce qui permet de justifier l'étude menée dans cette thèse.

## I.2 Contexte de l'étude

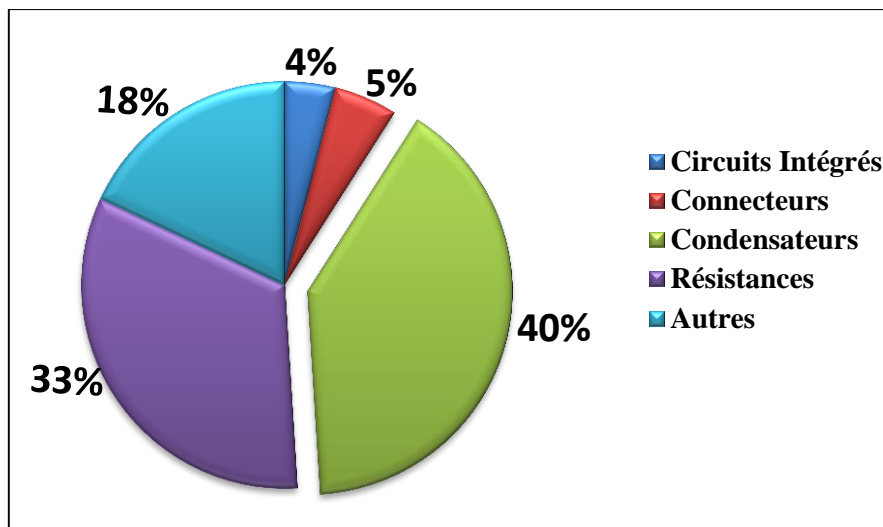
### *I.2.1 Généralités sur les composants passifs*

Nous appelons composants passifs les résistances, condensateurs et inductances. Ces composants sont présents dans tous les systèmes électroniques pour stabiliser les alimentations électriques, séparer le courant alternatif du courant continu, stocker de l'énergie, ... Les composants passifs ne permettent pas d'amplifier un signal car ils ne présentent pas de gains [Rao01]. Cependant, dans certains cas ils peuvent réduire la puissance souvent par effet joule. Pour une résistance idéale, l'impédance n'est pas fonction de la fréquence. L'impédance diminue lorsque la fréquence augmente pour un condensateur idéal et augmente pour une inductance idéale. Ces différents types de comportements sont utiles pour



de nombreuses applications telles que les filtres, les accumulateurs d'énergie, le contrôle du courant, dans les lignes de transmissions, etc... [Lu07].

La figure I.1 traduit la répartition du nombre de composants utilisés dans une carte électronique. Les composants passifs représentent près de 80% du nombre de composants d'une carte électronique et représentent jusqu'à 30% des joints de brasure [Zho03] [Dou01]. Par conséquent, dans un contexte de forte miniaturisation, les composants passifs apparaissent désormais comme un facteur limitant, en particulier pour les applications analogiques à signaux mixtes qui les utilisent en grand nombre [Lu07] [Lu06].



**Figure I.1 : Répartition du nombre de composants électroniques sur une carte**

Le tableau I.1 donne la part de composants passifs et actifs utilisés sur certains appareils téléphoniques. Sur l'ensemble des appareils sélectionnés, le nombre de composants passifs est très largement supérieur au nombre de composants actifs (Circuits intégrés - ICs).

Type d'appareil	Total Passifs	Total ICs	Rapport Passifs / Actifs
<u>Téléphones cellulaires</u>			
Ericsson DH338 Digital	359	25	14/1
Ericsson E237 Analog	243	14	17/1
Philips PR93	283	11	25/1
Nokia 2110 Digital	432	21	20/1
Motorola Mrl 1.8 GHz	389	27	14/1
Casio PH-250	373	29	13/1
Motorola StarTAC	993	45	22/1
Matsushita NTT DoCoMo	492	30	16/1
<u>Téléphones portables</u>			
Motorola Tango Pager	437	15	29/1
Casio QV10 Digital Camera	489	17	29/1
1990 Sony Camcorder	1226	14	33/1
Sony Handy Cam DCR-PC7	1329	43	31/1
<u>Autres</u>			
Motorola Pen Pager	142	3	47/1
Infotec Radio Modem	585	24	24/1
Data Race Fax-Modern	101	74	7/1
<u>PDA</u>			
Sony Magic Link	538	74	7/1
<u>Ordinateurs</u>			
Apple Portable Logic Board	184	24	8/1
Apple G4	457	42	11/1

Tableau I.1: Rapport du nombre composants passifs/actifs pour différents appareils électroniques [Rec98]

### I.2.2 Marché des composants passifs

Les composants passifs correspondent à plus de 95% des composants assemblés dans l'industrie de la microélectronique [Dou01]. La figure I.2, illustre l'évolution du marché des composants passifs communiquée par l'EPCIA (European Passive Components Industry Association) dans son rapport publié en 2013. Cette figure montre une diminution de 8% du marché de composants passifs entre 2011-2012, et plus légèrement de 3% entre 2012 et 2013. Parmi les composants passifs présentés, le marché des condensateurs est le plus touché avec une baisse de 11% entre 2011 et 2012 qui tend à se stabiliser.

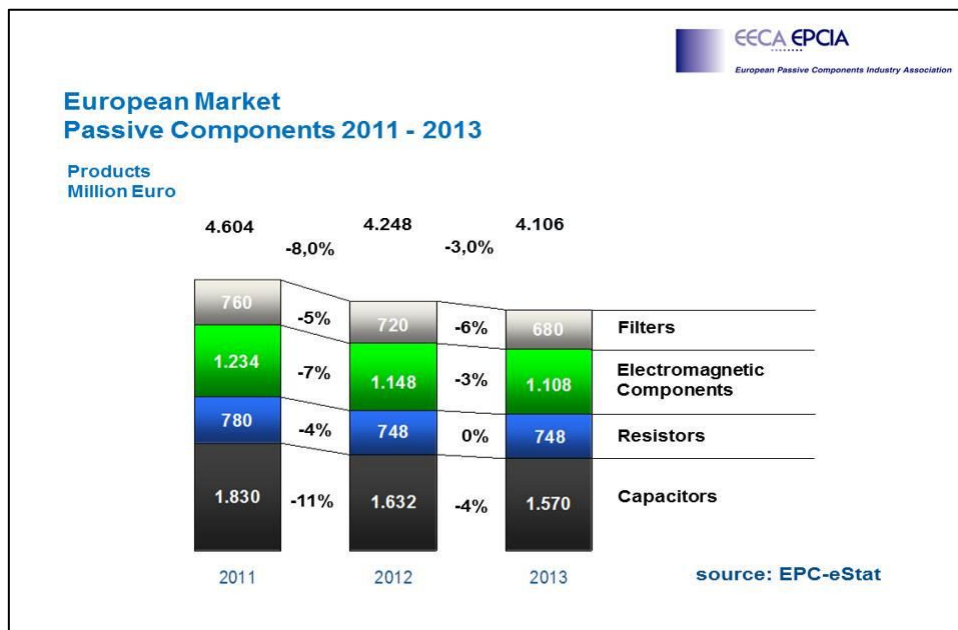
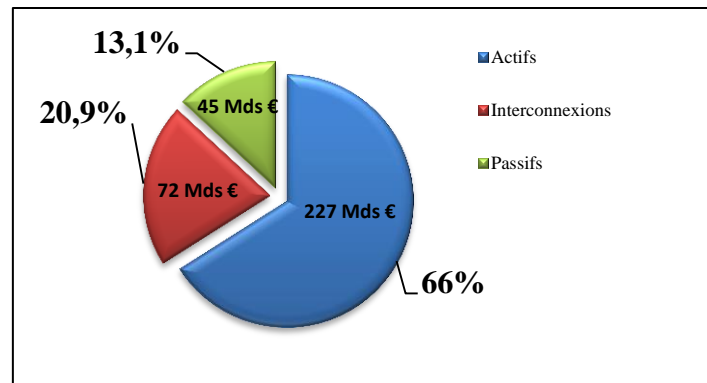


Figure I.2 : Marché des composants passifs en Europe de 2011-2013 [Die13]

Dans la figure I.3, le cabinet GIXEL (Groupement Professionnel des Systèmes électroniques) en France, dans son rapport d'activité de 2012, présente le poids des passifs sur la part du marché des composants électroniques dans le monde. On observe que la production mondiale des composants passifs ne représentent que 13,1 % de la part du marché (soit environ 45 Mds €) malgré leur nombre conséquent dans une carte électronique.



**Figure I.3 : Marché mondial des composants électroniques en 2012 [GIX13]**

Cependant, il est encore aujourd'hui difficile de déterminer l'attractivité financière des composants passifs enterrés. En effet, il y a un nombre de paramètres important à prendre en compte dans l'établissement d'un prévisionnel à l'échelle industrielle [Ulr03]<sup>1</sup>. Plusieurs caractéristiques technologiques spécifiques aux composants enterrés semblent d'ores et déjà indiquer certains avantages économiques qui tendent à amplifier la demande en passifs enterrés (Figure I.4-a). Outre les avantages économiques liés à la miniaturisation, à l'absence de brasures et à l'amélioration des performances et de la fiabilité des systèmes, les passifs enterrés peuvent être, contrairement aux composants montés en surface (CMS), fabriqués simultanément sur une seule et même couche. Ainsi le coût de l'assemblage de d'un condensateur, présenté figure I.4-b, est pratiquement nul ce qui est particulièrement intéressant pour les systèmes qui adoptent, de plus en plus, une forte densité surfacique de passifs [Tum01].

L'utilisation des composites polymères, mis en forme à basse température, permet de réduire considérablement les coûts énergétiques liés usuellement à l'usinage et au recyclage, en conditions sévères, des matériaux plus classiques tels que les céramiques : jusqu'à 1300°C pour le frittage du titanate de baryum. Enfin, les passifs enterrés, qui ne nécessitent pas de brasure, s'inscrivent dans le développement des technologies sans plomb mise en place par la directive européenne (RoHS lead free-2011/65/EU) [Ben13].

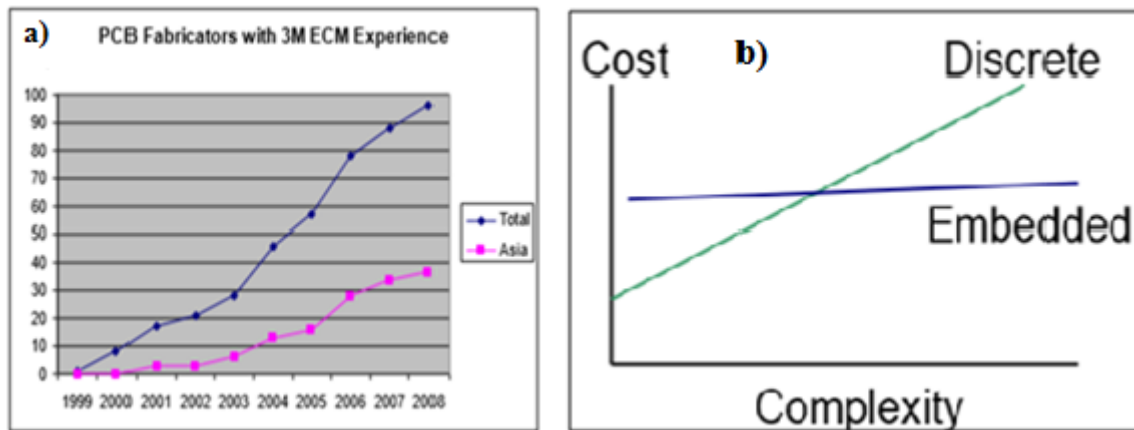


Figure I.4 a) Augmentation du nombre de fabricants de PCB qui utilisent les condensateurs enterrés de 3M [PEI]. b) Comparaison du coût de différentes technologies de passifs en fonction de la densité de composants [3M11]

### I.2.3 Evolution des composants passifs

La montée en fréquence et la miniaturisation restent les principaux moteurs de l'évolution des composants passifs. Ces derniers sont de plus en plus petits et voient leurs performances électriques améliorées. Pour augmenter la fréquence de travail et encore améliorer la fiabilité, les composants passifs ont vu d'énormes avancées durant ces deux décennies. La figure I.5 présente l'évolution des composants passifs. La première génération correspond aux composants passifs traversants le circuit imprimé. Suivent ensuite les composants dits montés en surface CMS, et enfin, les composants enterrés. Dans le paragraphe suivant, nous allons présenter les avantages et les intérêts des différentes technologies citées.

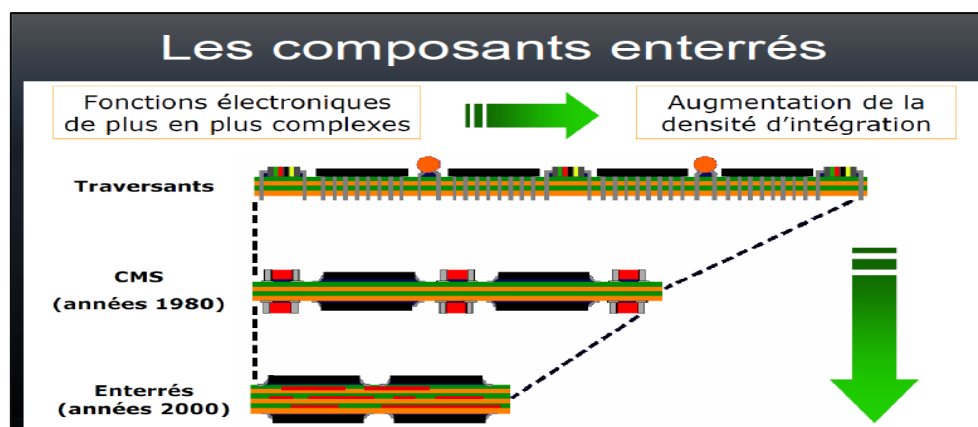
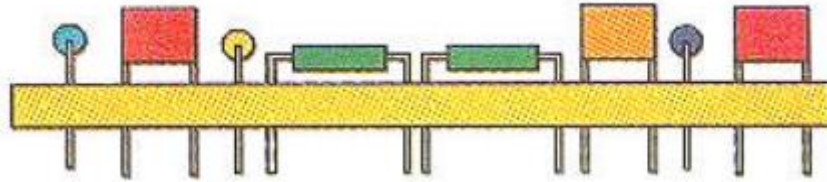


Figure I.5 : Evolution des composants passifs [Fer10]

### ***1.2.3.1 Composants traversants (through hole components)***

De la seconde génération d'ordinateurs des années 1950 jusqu'à l'apparition de la technologie des composants montés en surface (CMS) vers les années 1980, tous les composants utilisés dans une carte de circuit imprimé étaient des composants traversants (figure I.6) ou « through-hole » en anglais.

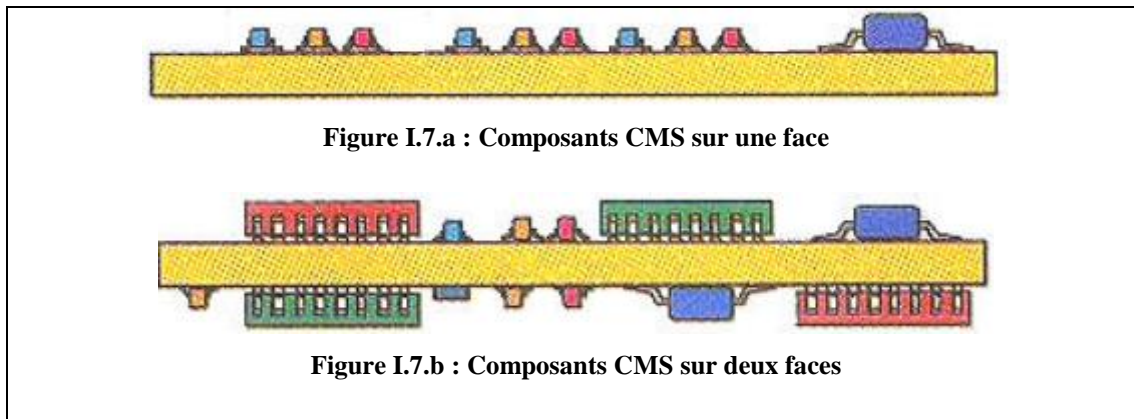


**Figure I.6 : Composants traversants**

Les composants sont insérés dans des trous percés dans les cartes de circuit imprimé et soudés aux pastilles métalliques sur le côté opposé soit par assemblage manuel (montés à la main), soit par l'utilisation de machines effectuant des montages automatiques. La soudure permet d'assurer la liaison mécanique entre le composant et le PCB, et électrique entre les broches du composant et les liaisons conductrices. Ainsi, pour assurer les liaisons électriques et réduire les difficultés de contrôle et de maintenance, les trous sont métallisés. Cependant, cette technologie présente plusieurs inconvénients. Les composants étaient de grosse taille et équipés de broches destinées à être soudées sur la face opposée de la carte. Ceci empêche l'utilisation de la seconde face du PCB. De plus, les brasures étaient réalisées à base de produits chimiques nocifs pour la santé dont l'étain-plomb (SnPb). Depuis, la directive européenne a banni certains produits chimiques tels que le plomb, le chrome hexavalent, le mercure, le polybromobiphényle (PBB) et le polybromodiphényléther (PBDE) à partir de 2006 (directive ROHS) n° 2002/95/CE. Enfin, cette technologie présente de gros problèmes de fiabilité au niveau des joints de soudure.

### ***1.2.3.2 Composants montés en surface ou CMS***

Développée depuis les années 1960, la technologie des composants passifs montés en surface n'est largement utilisée qu'à partir des années 1980 (figure I.7). Les premières recherches des composants CMS ont été en grande partie menées par IBM [Cms06].



**Figure I.7 : Technologie des composants CMS**

Cette technologie présente plusieurs avantages par rapport à celle des composants passifs traversants le circuit imprimé. Elle offre la possibilité d'utiliser les deux faces de la carte permettant ainsi une densification du circuit et une augmentation du nombre de composants, et donc du nombre de fonctionnalités. Les composants CMS sont dix fois plus petits, présentent des connexions également plus petites et nécessitent moins de perçages que leurs équivalents traversants. La diminution de la taille des composants permet une réduction de la valeur de l'inductance et de la capacité parasite du circuit, permettant ainsi d'augmenter la fréquence de fonctionnement. L'assemblage de la carte peut être automatisé facilement, ce qui permet une diminution du coût de fabrication. Enfin, les composants peuvent être facilement remplacés.

Cependant, l'augmentation du nombre de fonctionnalités dans les appareils électroniques induit une augmentation du nombre de composants passifs CMS qui restent volumineux. L'augmentation de l'encombrement des cartes électroniques risque à son tour d'avoir un effet sur la fiabilité globale du circuit (nombre élevé de joints de brasure ainsi que sur les performances électriques avec une augmentation des pertes selfiques et des phénomènes de couplage (problème de compatibilité électromagnétique (CEM)).

Pour pallier les limitations des composants CMS, une des solutions est d'intégrer les composants passifs à l'intérieur même du circuit imprimé : c'est ce que nous appelons « composants passifs enterrés ».

### I.2.3.3 Composants enterrés

Durant ces dernières décennies, de nombreuses études ont porté sur les composants passifs enterrés. Outre la réduction de la surface du PCB, l'intégration de couches capacitatives ou résistives à l'intérieur du circuit imprimé permet d'améliorer les performances électriques (passifs au plus près des actifs), la fiabilité (pas de brasure), de réduire la masse et le coût de l'assemblage des cartes électroniques [Rao2], [Cho04], [Cro02]. Chacun de ces aspects sera davantage détaillé dans le paragraphe I.2.5.

La figure I.8 représente la vue en coupe d'un PCB avec des composants CMS et des couches enterrées. Notons que deux types de composants peuvent être enterrés : sous forme de couches mais aussi des composants discrets CMS.

Bien que cette seconde solution permette de diminuer l'encombrement du circuit, elle présente trois inconvénients majeurs : l'augmentation de la difficulté de la conception de la carte, le problème récurrent de la fiabilité lié à la présence des joints de brasure, et l'impossibilité d'effectuer toute réparation ou remplacement de composants. C'est pourquoi cette piste a été rapidement abandonnée.

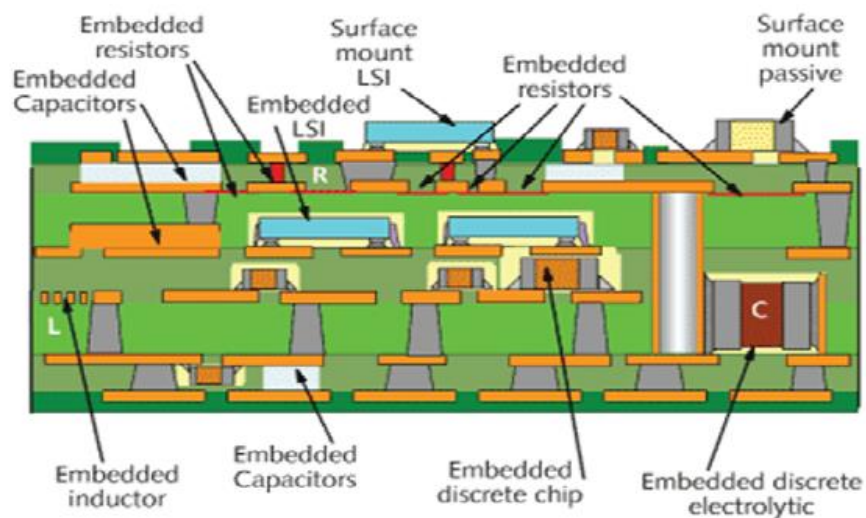


Figure I.8 : Vue en coupe d'un PCB avec composants CMS et couches enterrées [Uhe]

Les composants enterrés se présentent donc généralement sous forme de couches comme le montre la figure I.9.



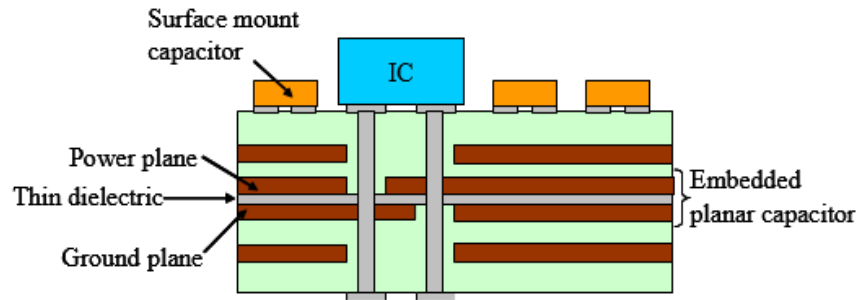


Figure I.9 : Couches capacitatives enterrées [Mut07]

L'intégration de ces couches s'effectue lors de l'assemblage du circuit imprimé. Ceci permet de supprimer l'étape de report des CMS conduisant ainsi à une réduction du coût de l'assemblage. Les couches peuvent se présenter sous forme discrète (localisée) ou distribuée. Cette technologie permet de diminuer le nombre de fils de liaison en surface de la carte (comparativement à la technologie des composants CMS) ce qui conduit à une amélioration des caractéristiques CEM [Mad01]. Les composants enterrés peuvent être placés au plus près des circuits intégrés permettant d'obtenir une réponse plus rapide, améliorant ainsi la qualité du signal et une augmentation des fréquences [And06]. Par ailleurs, pour effectuer des opérations de découplage ou de filtrage, les condensateurs enterrés sont placés au plus près des circuits intégrés, permettant ainsi une augmentation de la fréquence de fonctionnement [And06]. De plus, la suppression d'un nombre important de joints de brasure confère à l'assemblage une fiabilité nettement améliorée.

Le tableau I.2 réalisé par R. David Gerke et extrait des travaux de L. Song [Son00], résume les avantages et les limites des condensateurs enterrés par rapport aux composants CMS.

	Embedded passives	Discrete passives
Overall cost	Low	High
Circuit board costs	Low	High
Manufacturing cost	Low	High
Rework costs	Low	High
Board area consumed	Small	Large
Machine set-up time	Fast	Long
Yield	High	Low
Electrical performance (especially at high frequency)	Better	Good
Components costs	High	Low
Materials costs	High	Low
Design/development	Slow	Fast
Requiring designer training	More	Less
Time to market	Long	Fast
Design flexibility	Little	Large
Risk	High	Low

Tableau I.2 : Comparaison composants passifs enterrés / composants CMS [Ger05]

### ***1.2.4 Composants passifs : cas des condensateurs***

Comme nous venons de l'expliquer, en raison de leur nombre et de leur masse, les composants passifs CMS représentent un facteur limitant en termes de performances électriques. Parmi ces composants, les condensateurs représentent un obstacle majeur puisqu'ils représentent plus de 50% des composants passifs d'une carte électronique.

Le tableau I.3 présente les différents types d'applications des condensateurs avec leurs caractéristiques respectives [Ulr03]<sup>2</sup>. La valeur des capacités ainsi que les tolérances du condensateur varient en fonction de l'application visée. Par exemple, pour des opérations de découplage, la gamme de valeurs de la capacité du condensateur est comprise entre 1 nF et 100 nF avec une faible tolérance. Au contraire pour des opérations de filtrage la valeur de capacité est plus faible, comprise entre 1pF et 100 pF avec une tolérance plus élevée.

Applications	Value Range	Tolerance Req.	Acceptable Leakage	Stability Req.	Acceptable Parasitic
Filtering	1 pF–100 pF	High	Low	Moderate	Low
Timing	1 pF – 100 pF	High	Low	Moderate	Higher
A/D conversion	1 pF – 10 nF	High	Low	Very high	Higher
Termination	50 pF – 200 nF	Lower	Higher	Lower	Higher
Decoupling	1 nF – 100 nF	Lower	Higher	Lower	Very low
Energy Storage	1 uF and up	Lower	Higher	Lower	Lower

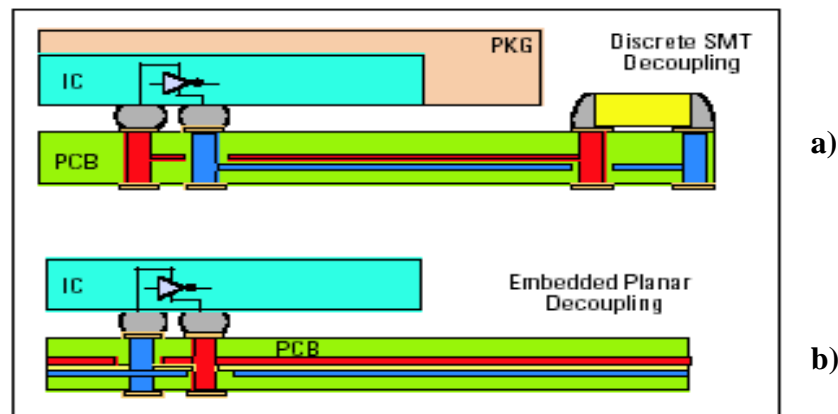
**Tableau I.3 : Applications et propriétés des condensateurs**

### ***1.2.5 Exemple d'application de condensateurs enterrés***

Aujourd'hui, les circuits intégrés (ICs) sont amenés à fonctionner à des fréquences de plus en plus élevées, ce qui implique que les condensateurs doivent filtrer ou découpler des signaux dans des bandes passantes croissantes. Or, la technologie des condensateurs CMS limite leur utilisation à haute fréquence [Ala12].

Ainsi, l'utilisation de condensateurs enterrés réduit à la fois le nombre de composants CMS et le nombre de vias d'interconnexion, ce qui réduit l'inductance parasite et améliore la qualité du signal [And<sup>1</sup>-Mcg]. Par ailleurs, grâce à l'utilisation de nouveaux matériaux, la valeur de la capacité des condensateurs enterrés est de plus en plus élevée. Cette partie sera plus largement développée dans le paragraphe I.3.

A titre d'exemple, nous considérons un cas d'application de condensateurs enterrés effectuant une opération de découplage (figure I.10).

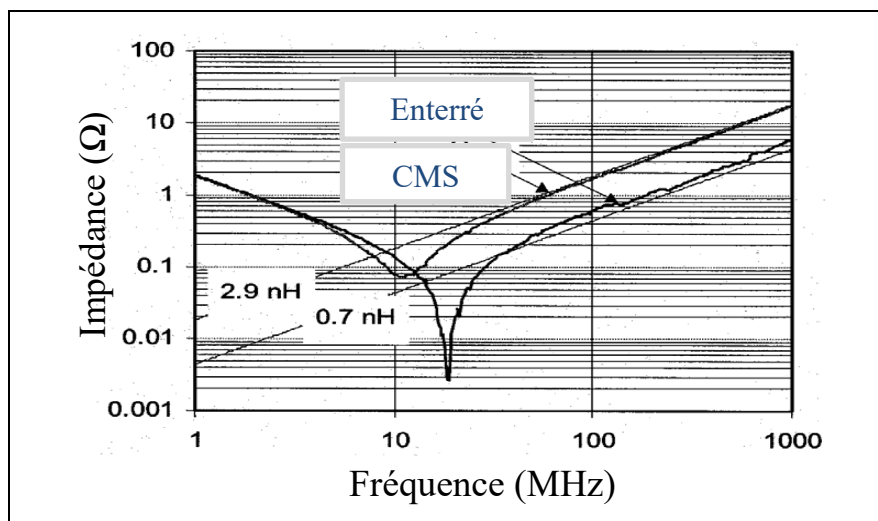


**Figure I.10 : Technologies condensateurs : a) monté en surface b) enterré dans le circuit imprimé [Fer01]**

Les tracés rouge et bleu foncés représentent les plans d'alimentation entre le condensateur de découplage et les billes du boîtier (BGA).

Avec l'augmentation du nombre d'entrées/sorties et de la taille des boîtiers, il devient difficile de placer les condensateurs de découplage CMS au plus près du boîtier. Ceci entraîne ainsi une augmentation de la distance des interconnexions.

La figure I.11 représente l'impédance en fonction de la fréquence pour les deux technologies de report que sont le condensateur monté en surface et le condensateur enterré dans le circuit imprimé. Les condensateurs utilisés ont une même valeur de capacité. L'analyse des courbes montre une corrélation parfaite de l'impédance dans les deux cas en basse fréquence ( $< 8$  MHz). Ceci correspond à la réponse attendue car, en basse fréquence, les condensateurs sont purement capacitifs. Par ailleurs, le condensateur enterré présente une fréquence de résonance plus élevée avec une faible valeur de résistance. En effet, le condensateur enterré étant placé au plus près du boîtier, l'inductance parasite série équivalente (ou ESL en anglais Equivalent Series Inductance) due à la longueur de la distance de parcours du signal est considérablement réduite. La diminution du nombre de vias et des brasures permet ainsi de diminuer la résistance série équivalente parasite (ou ESR, Equivalent Series Resistance), améliorant aussi la fiabilité du circuit.



**Figure I. 11 : Comparaison des modules de l'impédance de condensateurs discrets CMS et des condensateurs enterrés [And<sup>2</sup>]**

Le tableau I.4 permet de résumer les différents avantages (d'un point de vue électrique, sur la conception des PCB et économique) des condensateurs enterrés par rapport aux condensateurs CMS [And06].

<b>Avantages électriques</b>	<b>Avantages sur la conception des PCB</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Meilleure adaptation des lignes d'impédance</li> <li>➤ Diminution de la distance de parcours du signal</li> <li>➤ Diminution de la réactance de l'inductance</li> <li>➤ Réduction de la diaphonie, du bruit et du risque d'EMI (Interférence Electromagnétique)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Augmentation de la densité d'intégration</li> <li>➤ Diminution du nombre de vias</li> <li>➤ Meilleure fiabilité due à l'élimination des joints de brasure</li> </ul>
<b>Avantages économiques</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Diminution du nombre de composants en CMS</li> <li>➤ Rendement de montage amélioré</li> <li>➤ Densification du circuit/ou réduction de la taille</li> </ul>	

**Tableau I.4 : Avantages des condensateurs enterrés**

Cependant, comme toute nouvelle technologie, les condensateurs enterrés présentent aussi des limites. Une fois enterrés, les condensateurs ne peuvent plus être remplacés, donc la vérification de la conception demeure une étape très importante avant l'assemblage. D'autre part, et c'est l'objet de cette étude, les condensateurs actuellement commercialisés offrent une

gamme de valeur de capacité très limitée ralentissant considérablement leur utilisation. Les composants CMS leur sont donc encore largement préférés.

### **I.3 Condensateurs à base de matériaux hybrides céramique/polymère**

#### ***I.3.1 Intérêt des matériaux hybrides céramique/polymère***

Durant ces dernières décennies, une large gamme de matériaux a été étudiée et évaluée comme diélectriques pour condensateurs enterrés. D'un point de vue des propriétés diélectriques, la permittivité relative ( $\epsilon_r$ ) et les pertes diélectriques ( $\tan \delta$ ) représentent les paramètres essentiels qui permettent de caractériser les performances d'un matériau diélectrique. Le chapitre II fera l'objet de l'étude approfondie des propriétés électriques de nouveaux diélectriques.

Des matériaux polymères tels que les résines époxy, polyester, polyimide, sont utilisés comme matrice diélectrique en microélectronique en raison de leur facilité de mise en œuvre [Cho07]. Cependant, les polymères ont une faible valeur de permittivité relative (généralement comprise entre 2 et 10 [Cho10]). Dans le paragraphe I.3.3 des exemples de matériaux diélectriques à matrice polymère sont présentés avec leurs caractéristiques électriques ( $\epsilon_r$  et  $\tan \delta$ ).

En revanche, les matériaux céramiques tels que le  $\text{BaTiO}_3$  (titanate de baryum),  $\text{BaSrTiO}_3$  (titanate de baryum et de strontium) ou  $\text{PbZrTiO}_3$  (zirconate titanate de plomb) ont une constante diélectrique très élevée ( $\sim 15\,000$ ) [Swa90] et sont très utilisés comme diélectriques pour condensateurs notamment de découplage CMS [Ulr03]<sup>3</sup>, [Toh91]. Outre l'aspect mécanique, la température de traitement élevée ( $\sim 850\text{ °C}$ ) [Kei08] nécessaire pour le frittage ne convient pas pour condensateurs enterrés puisque la température de fabrication des PCB n'excèdent pas  $200\text{ °C}$ .

Pour pallier ces contraintes, les matériaux céramiques et polymères sont combinés pour former des matériaux hybrides céramique/polymère. Ces matériaux rassemblent ainsi les propriétés recherchées des céramiques et des polymères dont une forte permittivité relative, et une souplesse mécanique facilitant ainsi la « processabilité » du matériau [Cho07], tout en étant compatibles avec les procédés technologiques de fabrication de la microélectronique (figure I.12).

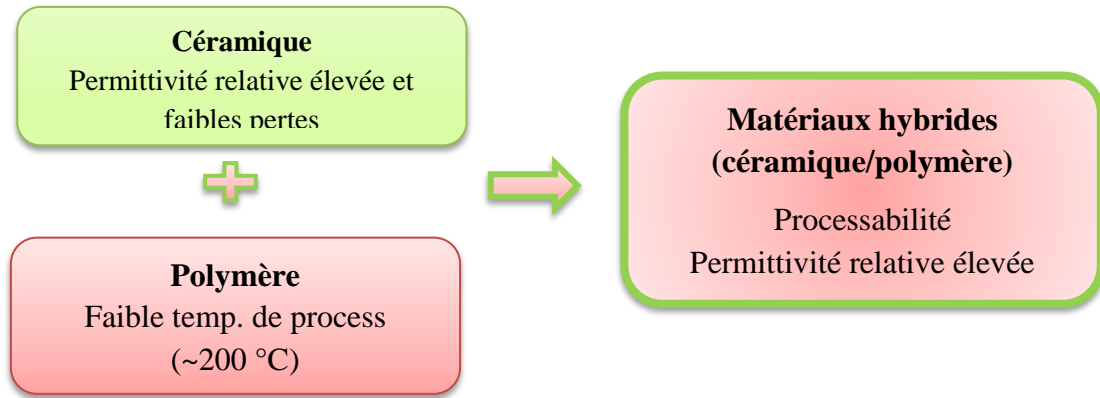


Figure I.12 : Matériaux hybrides céramique/polymère [Xu06]

La valeur des propriétés diélectriques des matériaux hybrides dépend de plusieurs paramètres dont la taille des particules inorganiques, leur nature, le taux de charge, l'état de la dispersion, la porosité, ...

### ***1.3.2 Généralités sur les polymères***

Un polymère ou macromolécule, est une molécule composée d'un grand nombre d'unités fondamentales répétitives, les monomères (ou motifs), assemblés de façon covalente au cours d'une réaction appelée polymérisation. Typiquement, la réticulation permet, pour les polymères thermodurcissables, le passage d'un état viscoélastique à un état solide. Les polymères thermodurcissables, tels que les époxyes et certains polyesters, sont caractérisés par un comportement spécifique vis-à-vis de la température, différent de ceux des thermoplastiques ou des élastomères. Un thermodurcissable devient, après réticulation thermique, solide, infusible et quasi-insoluble (polymère réticulé ou thermodurci). Les thermodurcissables sont usuellement amorphes et montrent une bonne résistance à la chaleur et aux produits chimiques. Ils ne peuvent être mis en œuvre qu'une seule fois et un chauffage ultérieur peut conduire à leur dégradation. Au contraire, pour les thermoplastiques, la transition qui a lieu lors du chauffage est une transformation physique (et non chimique), réversible. Lorsque la température augmente, ils se ramollissent (fusion) et adoptent un comportement fluide visqueux. Ils retrouvent leur état solide ou caoutchouteux initial après refroidissement. Les thermoplastiques qui comprennent, entre autres, les vinyles, les polyéthers, les polyamides et certains polyesters sont linéaires ou ramifiés et présentent un

caractère amorphe ou semi-cristallin. En comparaison avec les thermodurcissables, ils sont plus sensibles à la température et aux solvants mais moins fragiles mécaniquement. [Ben13].

Le tableau I.5 représente la permittivité et la tangente de l'angle de pertes de différents polymères. Le polyfluorure de vinylidène (PVDF) présente la plus forte valeur de permittivité relative mais également des propriétés piézoélectriques.

Matériau	Permittivité à 50 Hz	tg $\delta$ à 50 Hz
Polyacrylique	3,3 à 3,9	0,04 à 0,05
Acétate de cellulose	3,2 à 7,5	0,01 à 0,1
Poly(chlorotrifluoréthylène)	2,65	0,015
Poly(tétrafluoréthylène)	2,1	0,0001
Polycarbonates	2,97	0,0001 à 0,0005
Polyéthylène	2,28	0,0001
Polyimides	3,5	0,002
Polypropylène	2,1 à 2,7	0,005 à 0,0007
Polystyrène	2,5 à 2,65	0,0001 à 0,0005
Poly(chlorure de vinyle) rigide	3,4	0,01 à 0,02
Polysulfones	2,82	0,008
Poly(fluorure de vinylidène)	10	0,01
Poly(oxyphénylène)	2,7	0,0005
Poly(sulfure de phénylène)	3,9	0,001

Tableau I.5 : Permittivité relative et facteur de dissipation à 20°C de quelques polymères [Dub98]

### I.3.3 Particules de céramique : $BaTiO_3$ et $BaSrTiO_3$

Le titanate de baryum,  $BaTiO_3$ , noté BT, est un matériau ferroélectrique à structure pérovskite, de type  $ABO_3$ . A et B représentent les cations  $Ba^{2+}$  et  $Ti^{4+}$  respectivement, alors que O représente l'anion  $O^{2-}$ . La figure I.13 représente la maille élémentaire qui peut être cubique ou quadratique. Au-delà de la température de Curie ( $T > 130^\circ C$ ) le titanate de baryum est de structure cubique donc paraélectrique (figure I.13.a). En dessous de la température de Curie, la maille pérovskite est distordue et devient quadratique. Le barycentre des charges

positives  $\text{Ba}^{2+}$  et  $\text{Ti}^{4+}$  ne coïncide plus avec celui des charges négatives  $\text{O}^{2-}$ , une polarisation spontanée s'établit selon la direction d'élongation (axe polaire). La phase quadratique du  $\text{BaTiO}_3$  est ainsi ferroélectrique (figure I.13.b).

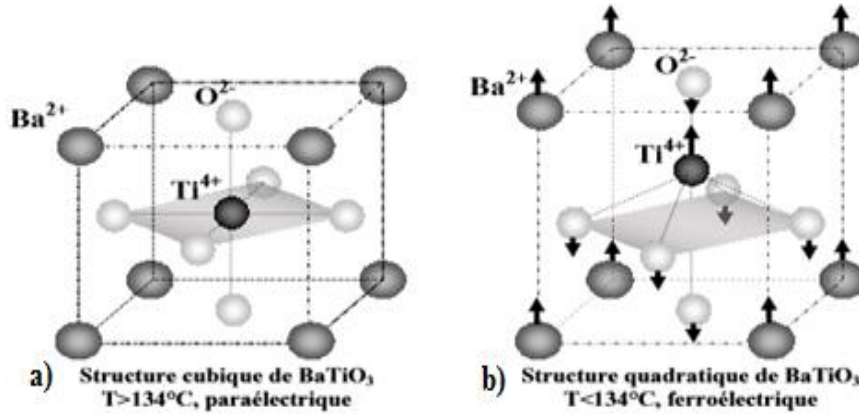


Figure I.13 : Représentation des structures cubiques et quadratiques du  $\text{BaTiO}_3$

Le titanate de baryum et de strontium,  $\text{Ba}_x\text{Sr}_{1-x}\text{TiO}_3$  (où  $0 \leq x \leq 1$ ), noté BST, est une solution solide de  $\text{BaTiO}_3$  et  $\text{SrTiO}_3$ . Le BST présente également une structure cristalline de type pérovskite de formule  $\text{ABO}_3$ . Les paramètres de maille et la température de Curie dépendent du rapport Ba/Sr. Les propriétés électriques du  $\text{BaSrTiO}_3$  sont comparables à celles du  $\text{BaTiO}_3$ . Cependant, pour une même taille de particules, le  $\text{BaSrTiO}_3$  présente une température de transition plus basse que le  $\text{BaTiO}_3$ . Par exemple, avec la composition  $\text{Ba}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{TiO}_3$ , la température de Curie est proche de  $5^\circ\text{C}$  [Hub03]. Les études ont en effet montré que la température de Curie diminue avec un taux croissant de Sr. Dans le cadre de ce travail, nous utilisons le  $\text{BaTiO}_3$  et le  $\text{Ba}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{TiO}_3$ , comme constituants de base du matériau hybride.

#### I.4 Couches diélectriques pour condensateurs enterrés

Par définition, une couche capacitive est constituée de deux électrodes séparées par un matériau diélectrique comme le montre la figure I.14.

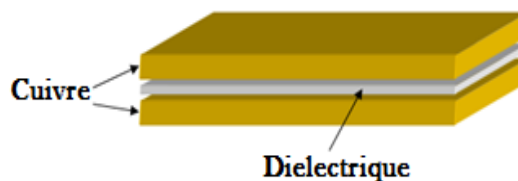


Figure I.14 : Représentation d'une couche capacitive



### ***I.4.1 Etat de l'art des matériaux hybrides céramique/polymère***

Le tableau I.6 présente plusieurs matériaux composites céramique/polymère décrits dans la littérature pour la réalisation de couches capacitives. Ce tableau montre la diversité des composites étudiée en laboratoire.

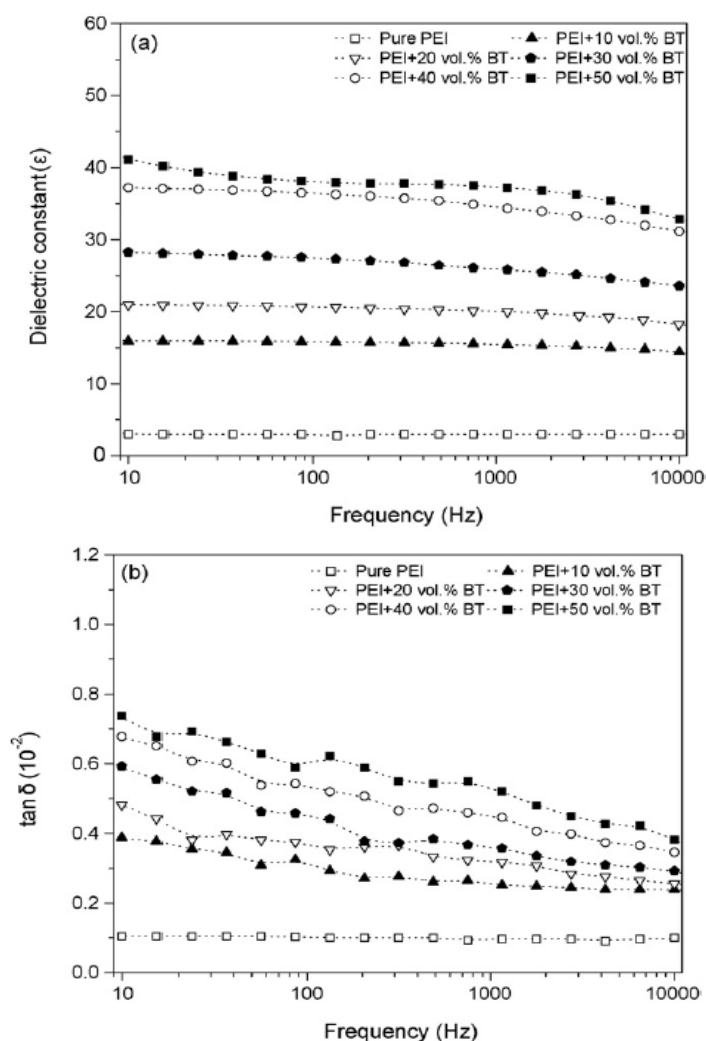
<b>Composites Céramique/polymère</b>	<b>Charge inorganique</b>	<b><math>\epsilon_r</math> (<math>T_{amb}</math>)</b>	<b><math>\tan \delta</math> (<math>T_{amb}</math>)</b>	<b>@ fréquence</b>	<b>Référence</b>
<b>BT/Epoxy</b>	<b>20 %vol.</b>	<b>9,99</b>	<b>0,0276</b>	<b>80 kHz</b>	<b>[Cho-04]</b>
<b>BT/Epoxy</b>	<b>40 % vol.</b>	<b>40</b>	<b>0,04</b>	<b>100 kHz</b>	<b>[Kuo04]</b>
<b>BT/Epoxy</b>	<b>40% vol.</b>	<b>27</b>	<b>0,035</b>	<b>100 kHz</b>	<b>[Kuo04]</b>
<b>B<sub>0,55</sub>S<sub>0,45</sub>T/PPS(polyphenylene sulfide)</b>	<b>30%wt.</b>	<b>4,82</b>	<b>0,0012</b>	<b>1 Ghz</b>	<b>[Hu07]</b>
<b>BaTiO<sub>3</sub>/PVDF</b>	<b>20%vol.</b>	<b>10</b>	<b>0.0087</b>	<b>100kHz</b>	<b>[Cho08]</b>
<b>BST/Epoxy</b>	<b>20%vol.</b>	<b>19,8</b>	<b>0,02</b>	<b>100 kHz</b>	<b>[Had09]</b>
<b>BT/PMMA</b>	<b>39 % vol.</b>	<b>19,8</b>	<b>0,25</b>	<b>1 kHz</b>	<b>[Kob09]</b>
<b>BT/TMPTA</b>	<b>30 % vol.</b>	<b>23</b>	<b>0,04</b>	<b>10 kHz</b>	<b>[Pop10]</b>
<b>BT/TDDMA</b>	<b>30 % vol.</b>	<b>18</b>	<b>0,02</b>	<b>10 kHz</b>	<b>[Pop10]</b>
<b>BT/PEI</b>	<b>50% vol.</b>	<b>35</b>	<b>0,04</b>	<b>10 kHz</b>	<b>[Cho10]</b>
<b>Ba<sub>0,55</sub>Sr<sub>0,45</sub>Ti<sub>1,01</sub>O<sub>3</sub>/ER140</b>	<b>58 %wt.</b>	<b>5,9</b>	<b>0,002</b>	<b>100 MHz</b>	<b>[Tei11]</b>
<b>BST/PVDF</b>	<b>20% vol.</b>	<b>20</b>	<b>0,014</b>	<b>100 kHz</b>	<b>[Osi11]</b>
<b>BT/Polyethersulfone</b>	<b>50% vol.</b>	<b>30</b>	<b>0,055</b>	<b>10 kHz</b>	<b>[Wan11]</b>
<b>BT/PMMA</b>	<b>65% vol.</b>	<b>30</b>	<b>0,02</b>	<b>1 MHz</b>	<b>[Goy13]</b>
<b>BT/PVDF</b>	<b>50% vol.</b>	<b>72</b>	<b>0,12</b>	<b>1 kHz</b>	<b>[Xia13]</b>
<b>BaTiO<sub>3</sub>@PPFOMA</b>	<b>70,7%wt.</b>	<b>7,4</b>	<b>0,01</b>	<b>100 kHz</b>	<b>[Zha13]</b>

**Tableau I.6 : Récapitulatif des propriétés diélectriques de divers composites céramique/polymère étudiés dans la littérature**

La comparaison des études de S.D. Cho et de Dong-Hau Kuo montre l'influence du taux de charge du BaTiO<sub>3</sub> sur la permittivité relative du composite final [Kuo04] et [Cho04]. La valeur de la permittivité augmente avec le taux de charge. Les études de S.D. Cho et de N. Hadik montrent l'influence du type de particules de céramique utilisé dans le composite final pour le même taux de charges et de polymère. Dans ce tableau, nous pouvons constater que le taux de charge le plus élevé (65%) réalisé avec le composite BT/PMMA, élaboré par R. K. Goyal, ne présente qu'une permittivité  $\epsilon_r = 30$  et  $\tan(\delta) = 0,02$  à 1 MHz. La plus forte valeur de

permittivité  $\epsilon_r = 72$  est obtenue pour un taux volumique de BT de 50%. Avec du PVDF. En effet, l'usage du PVDF permet d'obtenir des fortes valeurs de permittivité, car il présente une forte valeur de permittivité relative ( $\epsilon_r \approx 10$ ). Cependant, ce composite, qui présente aussi plus de pertes que celles obtenues par R. K. Goyal est piézoélectrique, ce qui est incompatible avec l'application visée [Xia13].

Comme vu précédemment, les études menées par [Cha] montre que l'augmentation du taux de charge de particules inorganiques entraîne une augmentation de la permittivité du composite (figure I.15).



**Figure I.15** Variation de  $\epsilon$  et  $\tan \delta$  du BT/polyetherimide en fonction de la fréquence pour les charges de 10, 20, 30, 40 et 50 % de BT [Cha10]

Cependant, il a été observé que le  $\text{BaTiO}_3$  chargé au-delà de 55 à 60% en volume, peut entraîner une diminution de la permittivité relative diélectrique qui peut être due à la formation d'agglomérats [Pai07].

De nombreuses études ont été réalisées pour la compréhension de l'effet de la taille des particules de céramique (notamment  $\text{BaTiO}_3$ ,  $\text{BaSrTiO}_3$  etc) [Bue96-Fre96]. En concomitance avec la miniaturisation croissante des systèmes, Tomoya Ohno et al., en 2004, s'intéressent plus en détail aux grains de dimension submicronique. Ils estiment les constantes diélectriques intrinsèques de poudres de taille comprises entre 20 et 110nm à partir de leurs modes de vibration. La permittivité maximale de 1700 est obtenue pour une taille de 30nm ; elle décroît ensuite à mesure que la taille augmente pour atteindre une valeur à peu près constante autour de 1000 pour les particules de 50nm à 110nm. La taille critique est déterminée à 20nm [Ohn04]. D'autre part, avec le développement des diélectriques organiques, l'impact de la taille est également évalué au sein de nanocomposites céramique-polymère. Dans un article récent, Y.P. Mao [Mao10] rapporte une étude de permittivité sur des composites  $\text{BaTiO}_3/\text{PVDF}$  réalisés avec des tailles de charge comprises entre 25 et 500nm. Comme illustré sur la Figure I.16, une constante diélectrique maximale de 95 a alors été obtenue pour le mélange contenant les nanopoudres de 100nm.

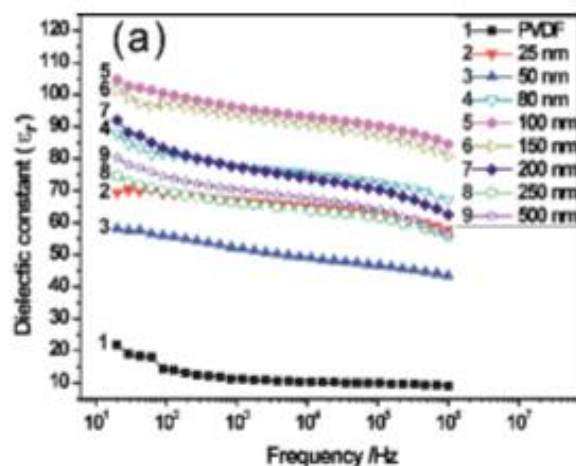
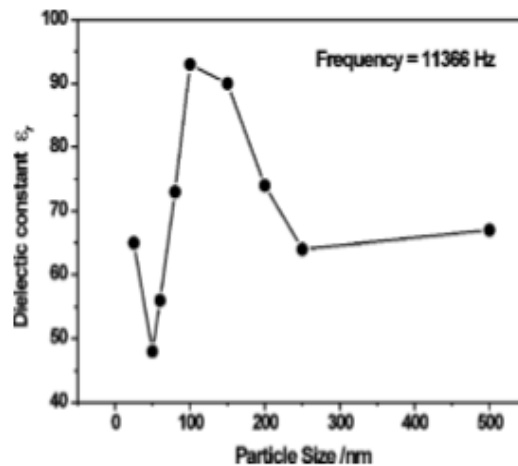


Figure I.16 : Variation de la permittivité diélectrique des nanocomposites  $\text{BaTiO}_3/\text{PVDF}$  en fonction de la fréquence pour diverses tailles de  $\text{BaTiO}_3$  [Mao10]



**Figure I.17 : Variation de la permittivité diélectrique des nanocomposites BaTiO<sub>3</sub>/PVDF à 1,14kHz en fonction de la taille des particules de BaTiO<sub>3</sub> [Mao10]**

La pléthore d'articles sur les transitions de phases du BaTiO<sub>3</sub> dues à la taille des grains s'accompagne d'un nombre tout aussi important de résultats parfois contradictoires. Ce sera Satoshi Wada qui, grâce à une étude en trois volets, mettra l'accent sur l'importance des procédés de préparation des nanoparticules de BaTiO<sub>3</sub> dans l'évaluation des propriétés des grains. Lors de ses premières investigations, des nanoparticules de 17 à 100nm sont synthétisées par une méthode de décomposition thermique en 2 étapes réalisée sous vide à  $10^{-2}$  Torr. Une permittivité maximale de 15000 est obtenue pour les particules de 70nm [Wad03]. Dans des travaux postérieurs, le même procédé est employé, dans des conditions différentes (à l'air), pour élaborer des nanoparticules de tailles comprises entre 17 et 1000nm. La constante diélectrique la plus élevée, 5000, est atteinte pour la taille de 140nm [Wad05]. Pour expliquer cette différence, il démontre que la phase des nanoparticules développées est tétragonale dans le bulk alors qu'elle est cubique à la surface (Figure I.18). Nous rappelons que le titanate de baryum en phase cubique est paraélectrique. Ses propriétés ferroélectriques, qui lui confèrent une forte permittivité, sont observées lorsqu'il se trouve dans une phase quadratique. Or les nanoparticules réalisées sous vide ont une couche cubique dont l'épaisseur est inférieure à celle des nanoparticules préparées à l'air, induisant alors une meilleure ferroélectricité [Wad06]. Finalement, en optimisant le procédé sous vide, pour réduire encore l'épaisseur de la couche cubique, il développe, en 2008, les premières nanoparticules de 63 nm à forte tétragonalité et obtient une permittivité record de 30000 (à 20°C, 20MHz) pour des grains de 85nm (Figure 19) [Wad08] [Ben13].

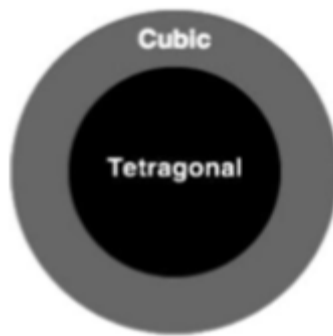


Figure I.18 : Structure des particules de titanate de baryum de taille submicronique [Wad08]

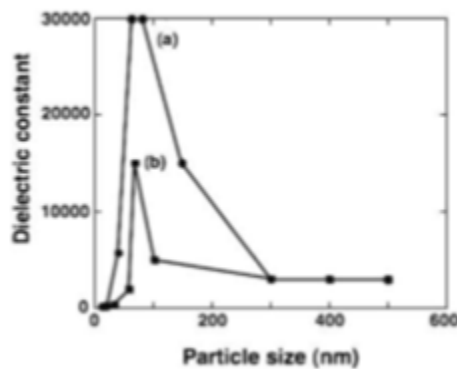


Figure I.19 : Variation de la permittivité diélectrique en fonction de la taille des nanoparticules de  $\text{BaTiO}_3$  synthétisées sous vide [Wad08]

#### ***1.4.2 Couches capacitatives commerciales***

Depuis les années 2000, d'importants brevets sur les couches capacitatives pour condensateurs enterrés ont été déposés par de grandes entreprises telles que OAK-MITSUI, 3M, DUPONT ou encore SANMINA-SCI. Ce marché est essentiellement occupé par les continents asiatique et américain. Les couches capacitatives sont constituées de deux feuillets de cuivre entre lesquels se trouve le matériau diélectrique (Figure I.20). Les couches sont intercalées lors de l'assemblage des différentes couches du PCB. Ceci permet de réaliser des couches capacitatives discrètes ou distribuées selon l'application souhaitée du condensateur.

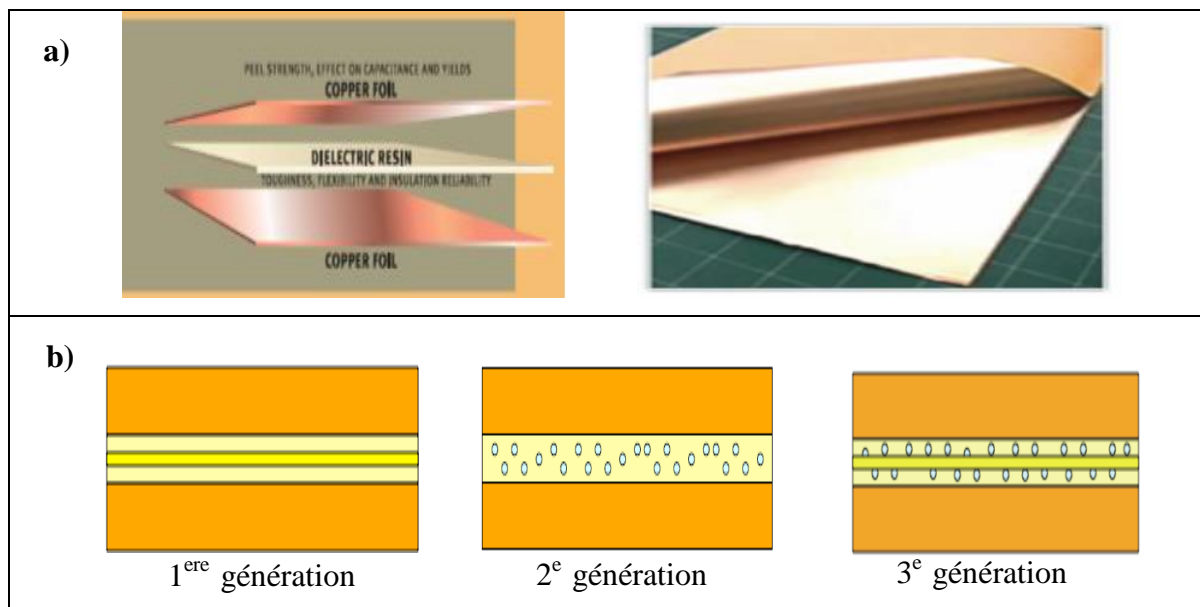
La Figure I.20 présente des couches capacitatives commercialisées par le fabricant OAK MITSUI utilisant différents diélectriques (Figure I.20-b).

Dans la première génération de couche capacitive du fabricant OAK MITSUI, le diélectrique est composé d'époxy ou d'un autre type de résine combinée à un film polymère haute

performance. Ce type de structure facile à mettre en œuvre a une bonne fiabilité grâce à la présence du film polymère. Cependant, la faible valeur de la permittivité du film polymère entraîne une diminution de la permittivité globale du diélectrique.

Pour la seconde génération, le diélectrique est composé de titanate de baryum dispersé dans une matrice polymère. Le renfort en titanate de baryum permet d'obtenir une permittivité relative plus élevée.

La troisième génération est une combinaison de la première et de la deuxième génération.



**Figure I.20 : a) Couche diélectrique et b) vue en coupe (section) de matériaux diélectriques dans une couche capacitive [OAK]**

Les couches diélectriques commerciales sont généralement composées de matériaux à base de polymère uniquement ou de composites céramique/polymère. Les polymères les plus fréquemment utilisés sont le polyimide et le FR4-époxy alors que les matériaux hybrides céramique/polymère sont à base de particules de titanate de baryum. La valeur de la constante diélectrique de ces couches est comprise entre 3,5 et 30 à 1 MHz.

La valeur maximale de capacité par unité de surface atteinte par une couche commerciale est de 1700 pF/cm<sup>2</sup> pour une épaisseur de 16 µm (FaradFlex BC16T de OAK MITSUI, cf tableau I.7).








BURIED CAPACITANCE									
MATERIAL SUPPLIERS	PRODUCTS	DIELECTRIC MATERIAL	Dk @ 1MHz	Cp @ 1MHz (pF/cm <sup>2</sup> )	DIELECTRIC LOSS	THICKNESS (μm)	ELONGATION (%)	DIELECTRIC STRENGTH (kV/mil)	CORE PROCESS
	C-Ply	Ceramic Filled Epoxy	16.0	100	0.005	14.0		>1	Sequential Lamination
	AD5	Ceramic Filled PTFE	5.1		0.003	71.0		>45	Double Sided
	AD10	Ceramic Filled PTFE	10.2		0.008	61.0		>45	Double Sided
	Interra HK 04	Polyimide	3.5	124	0.003	25.0	>50	6.5	Double Sided
	Interra HK 11	Press release in 2004, but no data sheet from DuPont yet							
	OS3P	A patent 6.407.341 was received on June 18. 2002 - but no data sheet is available from Endicott yet.							
	FaradFlex BC8	Polymer Film	4.4	480	0.016	8.0	85	5.0	Double Sided
	FaradFlex BC12TM	Polymer Film	10.0	700	0.019	12.0	60	6.2	Double Sided
	FaradFlex BC16T	Polymer Film	30.0	1700	0.019	16.0	N/A	2.8	Sequential Lamination
	InSite	SiO2			0.020			40.0	
	ZBC 1000	FR-4	5.0	155		25.0			Double Sided
	ZBC 2000	FR-4	4.1	78		50.0			Double Sided

Tableau I.7 : Couches capacitives commerciales

Les fortes fractions inorganiques, nécessaires pour atteindre des permittivités élevées, conduisent à une faible adhésion de la couche diélectrique, engendrant une diminution de la fiabilité du condensateur, une forte viscosité, qui rend le matériau difficilement façonnable, et une mauvaise dispersion des charges dans la matrice [Win01], [Lu08], [Xu06]<sup>2</sup>. La « nano » taille des particules inorganiques a tendance à favoriser leur agglomération [ROZ07], responsable de la formation de vides au sein des composites conduisant à une diminution de la permittivité effective et éventuellement à un claquage par avalanche [Aga98], [Win01], [Ala11]. De plus, les variations microscopiques de permittivité induites par les agglomérats peuvent conduire à une augmentation locale du champ électrique dans de petits volumes qui peuvent créer des décharges partielles [Nie95]. Pour cela, l'étude de la dispersion des nanocharges dans le composite s'avère donc primordiale lors du développement du matériau.

Généralement, la dispersion des charges est directement liée au procédé de synthèse et de mise en forme du composite. [Ben13]

Pour réduire les phénomènes d'agglomérats, responsables de la chute de la permittivité et d'une mauvaise adhésion au substrat, une solution est de synthétiser des composites hybrides céramique/polymère dits cœur/écorce.

### I.5 Technologie cœur@écorce

Après avoir effectué une étude bibliographique sur les composites céramique/polymère existant dans la littérature et leur mise en œuvre dans le commerce (paragraphe I.4), nous envisageons maintenant une structure composite dite cœur/écorce. L'intérêt de cette structure est de diminuer la formation des agglomérats qui peuvent se former lors de l'ajout des particules au polymère.

Le procédé de fabrication de cette structure innovante (figure I.21) a été élaboré par la société Polyrise, qui a déposé un brevet en 2008 en France puis en 2011 aux Etats-Unis [Gau11]. Dans le brevet déposé par Polyrise, le cœur de la structure est inorganique et l'écorce est en polyester hyperramifié. Sur cette écorce sont greffées des fonctions chimiques de type méthacrylate (MMA) permettant d'assurer les liaisons avec les autres particules [Gau11].

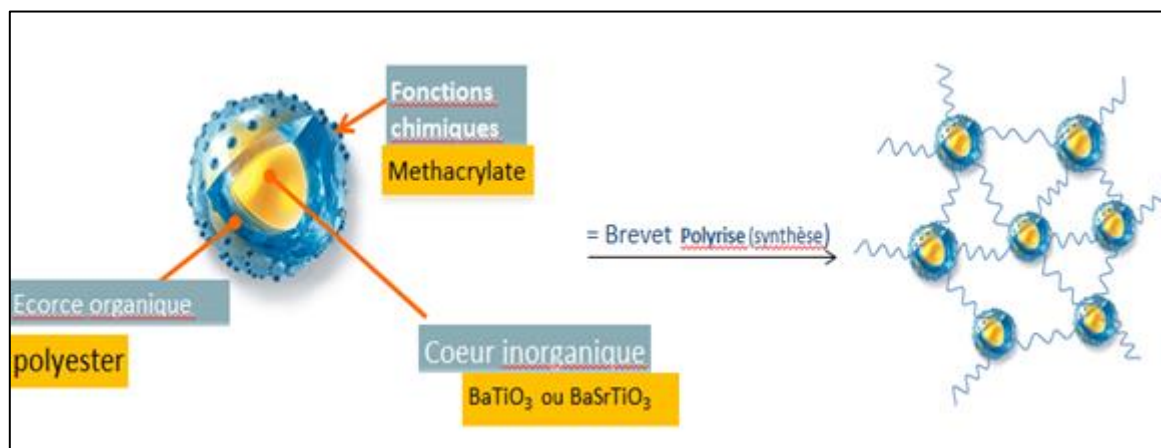
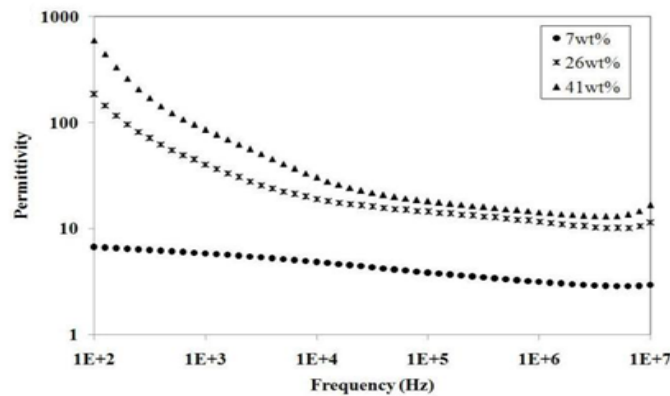


Figure I.21 : Technologie cœur@écorce développée par Polyrise

La couche organique enrobant le matériau céramique, permet d'inhiber tout contact direct entre les particules inorganiques, limitant par conséquent leur agglomération.



Les travaux réalisés par W. Benhadjala en collaboration avec Polyrise sur la technologie cœur/écorce ont permis de réaliser des matériaux cœur  $\text{BaTiO}_3$  / écorce Polyester conduisant à une valeur de permittivité relative de  $\epsilon_r = 85$  @ 1kHz (figure I.22) avec des pertes élevées ( $\tan \delta > 1$ ) en raison d'un phénomène de conduction lié au solvant [Ben13].



**Figure I.22 : Variation de  $\epsilon$  du cœur@écorce en fonction de la fréquence pour les charges massiques: 7, 26 et 41 % de BT (cœur)**

Dans le cadre de ce travail, nous allons poursuivre l'évaluation du comportement physico-chimique et électrique du cœur@écorce avant et après intégration dans le PCB.

## I.6 Conclusion

Durant cette dernière décennie, beaucoup d'efforts ont été fournis pour l'amélioration des performances des condensateurs enterrés.

Les matériaux hybrides céramique/polymère, très étudiés, rassemblent les propriétés particulières des céramiques et des polymères dont la forte permittivité relative des céramiques et la « processabilité » des polymères. Pour augmenter les performances ou élargir le domaine d'application des condensateurs enterrés (découplage mais aussi filtrage), deux points majeurs sont à travailler : l'augmentation de la permittivité des matériaux mis en œuvre, et l'amélioration des techniques de dépôt.

L'amélioration des performances de ces matériaux hybrides céramique/polymère nécessite de maîtriser certains paramètres notamment : (1) la teneur des composites en particules inorganiques ; (2) la taille, la morphologie et la dispersion des charges dans la matrice organique, qui déterminent (3) les propriétés diélectriques (augmentation de la permittivité et diminution des pertes diélectriques) des composites...

Par ailleurs, la technologie cœur@écorce des structures céramique/polymère se présente comme une des alternatives pour diminuer les problèmes récurrents d'agglomération observés chez la plupart des matériaux hybrides céramique/polymère.

Les principaux objectifs de ce travail sont donc de :

- Fabriquer des condensateurs en couche épaisse à base de matériaux hybrides céramique/polymère permettant d'atteindre des permittivités élevées : on parle de matériaux high-k
- Etudier les performances électriques des matériaux développés à basse et à haute fréquence.
- Conclure quant à l'intérêt de la structure cœur/écorce par rapport aux matériaux hybrides céramique/polymère classiques.
- Comprendre l'influence de l'intégration des couches capacitatives dans le PCB et extraire des règles de conception.



**CHAPITRE II : ETUDE ET DEVELOPPEMENT DE MATERIAUX  
HYBRIDES CERAMIQUE/POLYMERE POUR CONDENSATEURS  
ENTERRES**



## Chapitre II : Etude et développement de matériaux hybrides céramique/polymère pour condensateurs enterrés

### II.1 Introduction

Après avoir présenté l'état de l'art des matériaux hybrides céramique/polymère dans le chapitre I, nous allons maintenant nous intéresser au procédé de fabrication de couches capacitatives à partir de matériaux hybrides céramique/polymère.

Dans ce chapitre, nous allons dans un premier temps rappeler les notions fondamentales indispensables à la compréhension des mécanismes de polarisation des matériaux diélectriques entrant dans la constitution des condensateurs. Dans un deuxième temps, après avoir détaillé la composition des différents matériaux développés au cours de l'étude, nous nous focaliserons sur leur mise en forme (couche épaisse par sérigraphie) avant de présenter, dans une dernière partie, les caractérisations réalisées sur les dépôts.

### II.2 Mécanismes et grandeurs fondamentales

Contrairement aux métaux, un diélectrique parfait ne présente pas de charges libres pouvant se déplacer sous l'effet d'un champ électrique extérieur. C'est pourquoi le terme d'isolant électrique est couramment utilisé. Cependant des charges électriques localisées dans le matériau sont susceptibles de se déplacer sur de petites distances ou de vibrer sous l'influence d'un champ électrique: il y a alors apparition d'une polarisation. Au niveau microscopique, on parle de polarisabilité et au niveau macroscopique de susceptibilité électrique. Notons que, dans le cas des diélectriques réels, des charges libres, généralement liées à la présence d'impuretés ou de défauts dans le matériau, existent et se déplacent lors de l'application d'un champ électrique.

#### II.2.1 Polarisation

Sous l'application d'un champ électrique  $\vec{E}$  sur un matériau diélectrique, le déplacement de charges positives et négatives en sens inverse, provoque l'apparition de moments dipolaires induits  $\vec{p}_i$ . La polarisation peut être définie comme étant la somme, par unité de volume, de l'ensemble des moments dipolaires. Le vecteur de la polarisation globale est :

$$\vec{P} = \vec{p}_1 + \vec{p}_2 + \dots + \vec{p}_n \quad (\text{II.1})$$

où  $p_1, p_2, \dots, p_n$  représentent les  $n$  moments dipolaires présents dans une unité de volume du matériau.

La notion de polarisation a été introduite par Michael Faraday en 1837. En effet, il existe plusieurs types de polarisation (Tableau II.1) : électronique, ionique, dipolaire, interfaciale, par charges d'espace. Ces différentes polarisations peuvent co-exister ou apparaître séparément, être spontanées ou induites. La polarisation totale est la somme des différents types de polarisation [Hip95] telle que :

$$P_t = P_e + P_i + P_o + P_c \quad (\text{II.2})$$

où  $P_e$  représente la polarisation électronique,  $P_i$  la polarisation ionique,  $P_o$  la polarisation d'orientation (ou dipolaire) et  $P_c$  la polarisation par charges d'espace ou interfaciale.

Ces polarisations apparaissent à différentes fréquences car elles ont pour origines différents phénomènes.

*La polarisation électronique  $P_e$*  est présente dans tous les diélectriques, sans exception. L'application d'un champ électrique  $E$  sur le diélectrique, induit un léger déplacement du centre d'inertie du nuage électronique par rapport au centre d'inertie du noyau des atomes, créant ainsi un dipôle. La polarisation électronique intervient pour des fréquences supérieures aux fréquences optiques (de l'ordre  $10^{-15}$  s). La déformation générée est élastique. Ainsi la suppression du champ électrique entraîne une disparition de la polarisation électronique ainsi que les dipôles induits.

*La polarisation ionique (ou atomique)  $P_i$*  résulte du déplacement des atomes liés par des liaisons ioniques sous l'application d'un champ électrique. Les liaisons ioniques sont présentes dans la plupart des diélectriques solides non-organiques avec une structure cristalline (cristaux ioniques). Par rapport aux électrons, les ions étant relativement plus lourds, la polarisation ionique s'établit en environ  $10^{-13}$  s, donc plus lentement que la polarisation électronique, et dépend de la charge de l'ion et de son environnement. De même que la polarisation électronique, la polarisation ionique ne provoque pas de pertes d'énergie et disparaît avec la suppression du champ électrique.

La polarisation par orientation (ou dipolaire)  $P_o$ , parfois appelée polarisation de Debye, se rencontre chez les matériaux polaires qui ont la particularité de présenter un moment dipolaire permanent. Le caractère dipolaire est généralement propre aux composés chimiques ayant des liaisons ioniques, mais également aux composés ayant des liaisons covalentes mais qui ont une structure asymétrique (par exemple  $H_2O$ ). Cette polarisation intervient pour des fréquences inférieures au Giga Hertz.

La polarisation interfaciale ou de charges d'espace se produit lors d'une accumulation de charges à l'interface de deux matériaux ou au sein d'un même matériau. On parle de polarisation de charges d'espace lorsque les électrons ou les trous sont piégés autour des défauts (lacunes) dans le diélectrique. Lorsque le piégeage s'effectue à l'interface matériau / électrode, on parle plutôt de polarisation interfaciale. Ce type de polarisation est caractérisé par le temps d'établissement le plus long, allant jusqu'à  $10^{+3}$  s.

Ces différentes polarisations et leur domaine d'application sont présentés dans le tableau II.1.

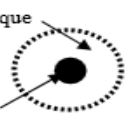
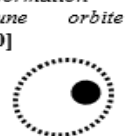

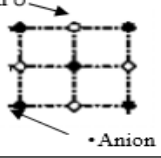

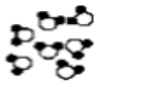
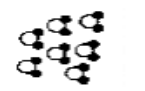

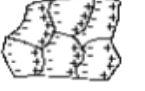
Durée d'établissement	Type de Polarisation	En absence de champ $E=0$	Sous champ électrique $E \rightarrow$	Description	Fréquences
$10^{-14}$ à $10^{-16}$ s	Electronique	Nuage Electronique 	déformation d'une orbite [20] 	Déplacement du centre d'inertie du nuage électronique par rapport au centre d'inertie du noyau des atomes	 Domaine de l'UV $10^{15}$ Hz  Domaine de l'I.R. $10^{11}$ à $10^{12}$ Hz  Domaine de l'M.W. $10^8$ Hz (microonde)  Domaine de l'RH $1$ Hz à $10^3$ Hz (Ondes radio)
$10^{-10}$ à $10^{-13}$ s	Ionique ou Atomique	Cation $+$  Anion $-$		Création de dipôles due au déplacement d'ions de charge opposée les uns par rapport aux autres	
$10^{-9}$ à $10^{-3}$ s	Dipolaire	Molécule polaire 		Déplacement de dipôles permanents s'orientant pour être parallèles au champ	
$10^{-5}$ à $10^{+3}$ s	Charge d'espace ou Interfaciale	Grain 		Polarisations au interfaces crée par le déplacement de porteurs libres se concentrant aux défauts, lacunes, impuretés, joints de grains, surfaces ...	

Tableau II.1: Synthèse des différents types de polarisation en fonction du domaine de fréquence [Hub03]



### II.2.2 Permittivité et pertes diélectriques

A l'échelle macroscopique, pour un matériau isotrope, la polarisation  $\vec{P}$  induite sous l'application d'un champ électrique  $\vec{E}$  est proportionnelle à ce dernier.

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \cdot \chi \cdot \vec{E} \quad (\text{II.3})$$

où  $\varepsilon_0$  représente la permittivité du vide ( $\varepsilon_0 \approx 8,85418782 \times 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$ ) et  $\chi$  la susceptibilité électrique du matériau.

Le vecteur d'induction électrique  $\vec{D}$  (aussi appelé déplacement électrique, en  $\text{C} \cdot \text{m}^2$ ) combiné aux équations de Maxwell, permet d'obtenir l'expression de la permittivité relative  $\varepsilon_r$  :

$$\begin{cases} \vec{D} = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r \cdot \vec{E} \\ \vec{D} = \varepsilon_0 \cdot \vec{E} + \vec{P} = (1 + \chi) \cdot \varepsilon_0 \cdot \vec{E} \Rightarrow \varepsilon_r = 1 + \chi \end{cases} \quad (\text{II.4})$$

La permittivité relative  $\varepsilon_r$  (abusivement appelée constante diélectrique) décrit la réponse d'un matériau à un champ électrique.

Son expression peut être obtenue en faisant le rapport de la permittivité diélectrique absolu du matériau  $\varepsilon$  sur la permittivité du vide  $\varepsilon_0$ .

$$\varepsilon_r = \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} \quad (\text{II.5})$$

La création des dipôles et leur orientation dans le champ électrique nécessitent une énergie active qui est à l'origine de pertes diélectriques. La permittivité dépendant de la fréquence s'exprime sous forme complexe selon l'expression suivante:

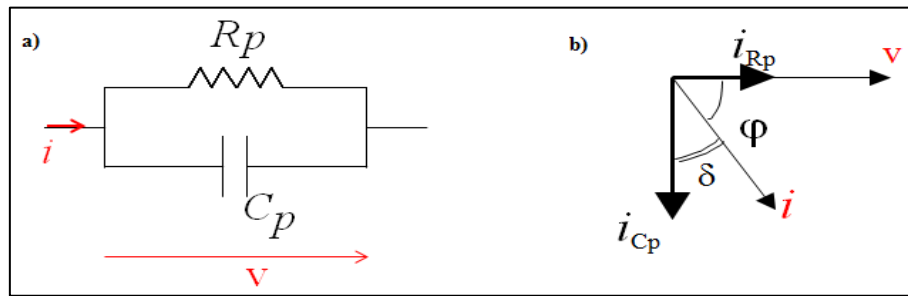
$$\varepsilon_r(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega) \quad (\text{II.6})$$

avec

- $\omega$  la pulsation du champ électrique,

- $\varepsilon'$  la partie réelle de la permittivité relative qui reflète les phénomènes capacitifs
  - $\varepsilon''$  la partie imaginaire, résistive, liée aux pertes diélectriques. Les pertes dues au courant momentané sont appelées pertes ohmiques, alors que celles associées au déplacement des charges correspondant à l'énergie dissipée dans le matériau lorsque celui-ci est soumis à l'application d'un champ électrique sont appelées pertes diélectriques [Mag90-Kit61].

Le circuit équivalent d'un matériau diélectrique peut donc être représenté par une résistance  $R_p$  en parallèle avec une capacité  $C_p$  comme le montre la figure I.1.a. Le courant et la tension traversant le circuit sont représentés dans un diagramme de Fresnel (figure I-1-b).



**Figure II.1 : a) Circuit équivalent d'un diélectrique et b) représentation du courant et de la tension dans le plan complexe**

Ainsi, le rapport de la partie imaginaire sur la partie réelle de la permittivité relative complexe, permet d'introduire le facteur de dissipation aussi appelé tangente de l'angle de perte noté  $\tan \delta$  :

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''(\omega)}{\varepsilon'(\omega)} \quad (\text{II.7})$$

$\delta$ , représente l'angle complémentaire de l'angle de déphasage  $\phi$ .

Ce rapport est généralement inférieur à  $10^{-2}$  dans le cas des matériaux à faibles pertes requis pour la fabrication de condensateurs.

Cependant, dans le cas de diélectriques réels, il est parfois difficile de s'affranchir des pertes introduites par conduction [Bor06]. Dans ce cas, l'expression de la tangente de perte devient :

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''(\omega) + (\sigma_{dc} / \omega \varepsilon_0)}{\varepsilon'(\omega)} \quad (\text{II.8})$$

où  $\sigma_{dc}$  correspond à la conductivité statique du matériau.

En effet, la plupart des diélectriques n'étant pas parfaits, il existe toujours, en plus ou moins grand nombre, des charges libres provenant de mécanismes microscopiques liés notamment à la présence d'impuretés ou de défauts à l'origine d'un courant de fuite. Ce courant de fuite est lié à la conductivité statique  $\sigma_{dc}$  et donc à la partie imaginaire  $\epsilon''$  de la permittivité.

Ainsi dans le chapitre suivant, nous nous intéresserons au courant de fuite des matériaux étudiés. La valeur du courant de fuite est en effet une grandeur déterminante dans le choix du matériau diélectrique pour condensateur.

La figure II.2 représente l'évolution de la permittivité relative complexe en fonction de la fréquence, selon les différents mécanismes de polarisation.

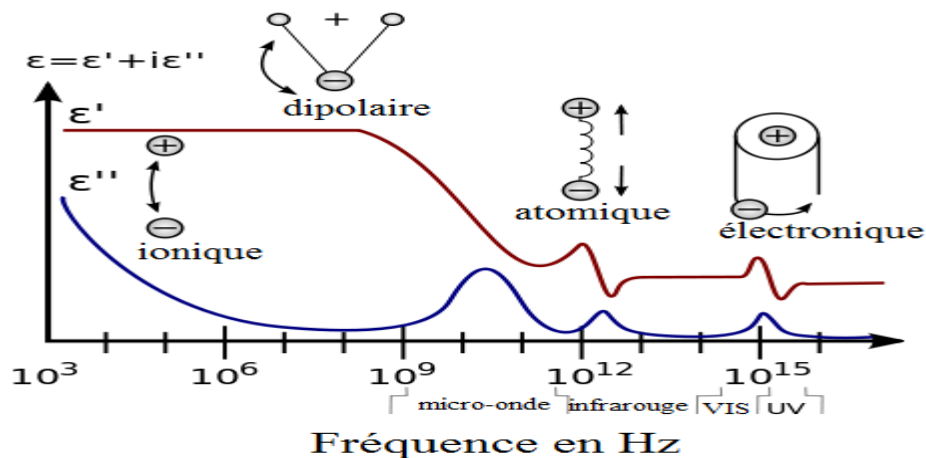


Figure II.2 : Variation de la permittivité diélectrique en fonction de la fréquence

### II.3 Matériaux diélectriques étudiés

Plusieurs diélectriques hybrides organique (polyester) / inorganique (céramique) sont étudiés dans le cadre de ce travail. Différentes particules de céramique sont choisies :

- des particules de  $\text{BaTiO}_3$  (diamètre 100nm) du commerce (Inframat),
- des particules de  $\text{BaTiO}_3$  (diamètre 100nm) synthétisées au laboratoire CIRIMAT à Toulouse (par l'équipe de S. Guillemet),

- des particules plus petites de  $\text{BaTiO}_3$  ( $20\text{nm} \pm 6$ ) et de  $\text{Ba}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{TiO}_3$  ( $16\text{nm} \pm 2$ ) synthétisées à l'ICMCB (Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux) par voie supercritique (par l'équipe de C. Aymonier).

D'après l'étude bibliographique menée au chapitre I, une permittivité maximale est obtenue avec des particules de  $\text{BaTiO}_3$  ayant un diamètre proche de 100nm. En revanche, un diamètre plus petit, autour de 20nm, est requis pour les particules de  $\text{Ba}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{TiO}_3$ .

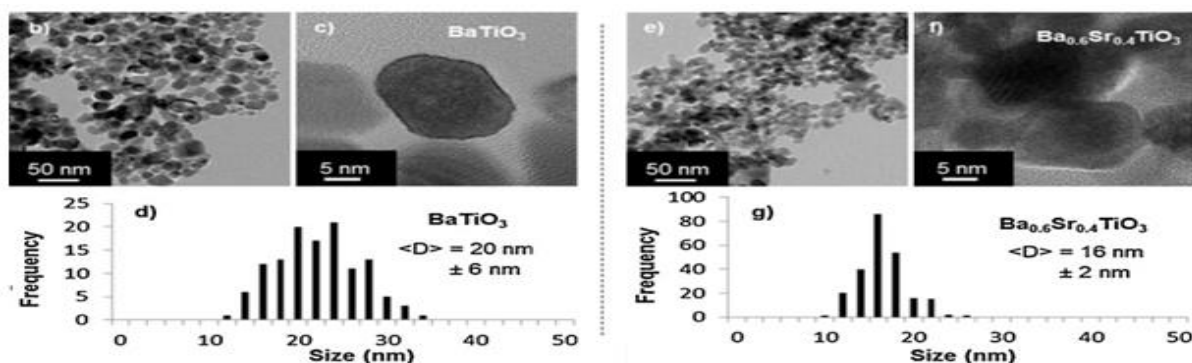
Le polymère utilisé est le polyester synolite 0328-A-1 commercialisé par l'entreprise GACHES CHIME de Bordeaux. C'est une résine de polyester insaturé de type orthophtalique, stabilisée aux UV. Le catalyseur utilisé pour accélérer le processus de polymérisation du polyester est le peroxyde de méthyléthylcétone. Le polyester des matériaux cœur/écorce est quant à lui synthétisé par Polyrise.

Le tableau II.2 décrit l'ensemble des matériaux étudiés, en leur assignant un numéro de série, et en précisant les fournisseurs, la taille des particules ainsi que les différents taux de charge réalisés.

Série-fab	Nature du composite	Fournisseurs		Taille des particules (nm)	Fractions massiques (%)
		Céramique	Polymère		
I (G-GC_1)	$\text{BaTiO}_3$ /polyester	ICMCB	Gaches Chimie	$20 \pm 6$	27, 41, 60
II (G-GC_2)	$\text{Ba}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{TiO}_3$ /polyester	ICMCB	Gaches Chimie	$16 \pm 2$	27
III (In-GC)	$\text{BaTiO}_3$ /polyester	Inframat	Gaches Chimie	100	27
IV (In-Po)	$\text{BaTiO}_3$ @polyester	Inframat	Polyrise	100	27
V (CI-Po)	$\text{BaTiO}_3$ @polyester	CIRIMAT	Polyrise	100	27

**Tableau II.2 : Description des matériaux étudiés**

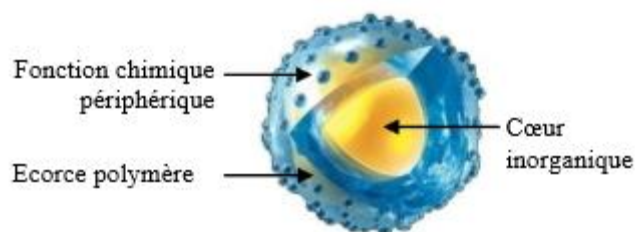
- Les séries numérotés I (G-GC\_1) et II (G-GC\_2) représentent respectivement les composites de  $\text{BaTiO}_3$ /polyester et  $\text{Ba}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{TiO}_3$ /polyester dont les particules de céramique sont synthétisées à l'ICMCB par voie supercritique. Les particules de céramique sont réalisées par la méthode des précurseurs [Gil14]. La taille des particules de  $\text{BaTiO}_3$  (BT) est obtenue par TEM (Transmission Electron Microscopy) alors que celle de  $\text{Ba}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{TiO}_3$  (BST) est déterminée par HR-TEM (High Resolution - Transmission Electron Microscopy).



**Figure II.3 : Nanoparticules de BT-BST synthétisées par ICMCB [Gil14]**

Nous avons réalisé des composites à trois taux de charge massique dans la série I (G-GC\_1) : 27, 41 et 60 % . Le taux de charge intermédiaire 27% a été choisi comme référence pour les autres matériaux. En effet nous avons peu de particules de céramique à notre disposition en particulier celles synthétisées par les laboratoires de recherche.

- La série N°III (In-GC) correspond à un composite de titanate de baryum du commerce (Inframat) et de polyester (GACHES CHIME comme dans les séries I (G-GC\_1) et II (G-GC\_2)). La taille des particules est de 100 nm.
- Les séries IV (In-Po) et V (CI-Po) sont des matériaux cœur@écorce synthétisées par Polyrise (figure II.4).



**Figure II.4 : Technologie cœur@écorce**

La taille des particules de BaTiO<sub>3</sub> est de 100nm.

Dans le cadre de notre étude, pour la série IV (In-Po), les particules de titanate de baryum sont celles commercialisées par Inframat, alors que pour la série V (CI-Po), nous utilisons des particules de titanate de baryum synthétisées au laboratoire CIRIMAT. Les particules issues du CIRIMAT sont constituées d'une barbotine à base de poudres céramiques BaTiO<sub>3</sub> de différentes compositions Ba/Ti = 0,95 et Ba/Ti=1 dont le procédé de synthèse est décrit dans

[NAV09], [VOI13]. Les poudres sont frittées par SPS (Spark plasma Sintering) à 1150°C pendant 3 minutes sous une pression de 50 MPa.

L'étude de ces différents matériaux va permettre de comparer les performances de diélectriques hybrides ayant des particules de céramique de taille, de nature et de mode de synthèse différents.

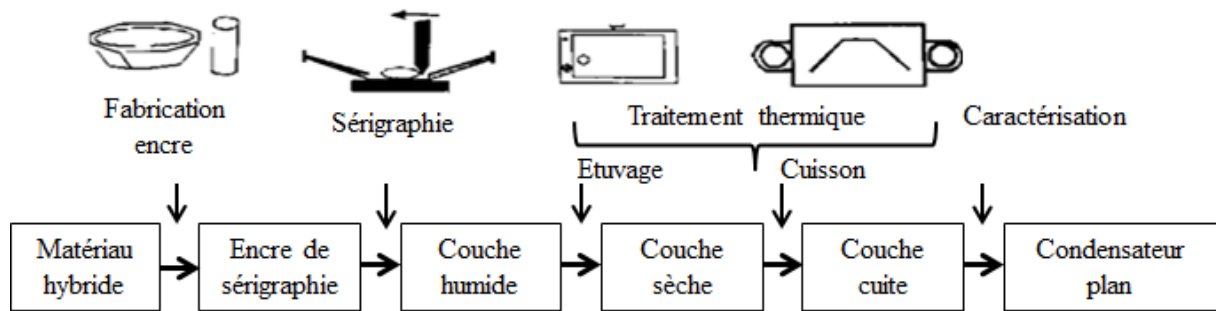
#### **II.4 Mise en forme des matériaux par sérigraphie [Bor06]**

La sérigraphie (du latin « sericum » la soie et du grec « graphein » l'écriture), très utilisée en micro-électronique hybride, permet de déposer, selon la technique du pochoir, un réseau de conducteurs, de résistances ou de diélectriques, de quelques micromètres d'épaisseur sur un substrat plan. L'élaboration de ces couches épaisses comporte plusieurs étapes comme le montre la figure II.5.

La première étape consiste à fabriquer l'encre de sérigraphie correspondant au diélectrique des condensateurs. Selon le type de matériaux diélectriques étudiés, différents solvants appropriés sont utilisés pour faciliter le dépôt de la couche diélectrique et la réalisation des condensateurs.

Dans la deuxième étape, à partir d'un motif dessiné sur l'écran de sérigraphie, le matériau est déposé selon la technique du pochoir sur un substrat plan. Dans notre cas il s'agit d'un feuillard de cuivre (d'épaisseur 70µm) dédié à la fabrication de PCB qui constitue l'une des électrodes du condensateur.

La troisième étape consiste à effectuer le traitement thermique des couches déposées. Dans un premier temps, la mise en étuve de la couche humide permet d'évaporer les solvants rajoutés lors du dépôt, puis la polymérisation d'obtenir les propriétés fonctionnelles du mélange.

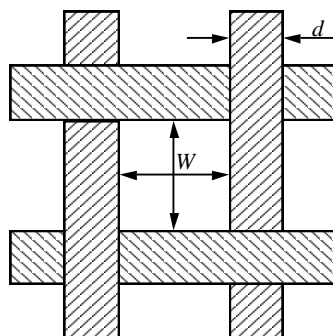


**Figure II.5 : Etapes du procédé standard de dépôt par sérigraphie**

L'impression, c'est-à-dire le dépôt du composite sur le substrat de cuivre, s'effectue en salle blanche, à l'aide d'une machine à sérigraphier, à travers les mailles d'un écran comportant le motif désiré.

#### **II.4.1 Préparation des écrans**

Un écran de sérigraphie est constitué d'une toile ajourée, le plus souvent en acier inoxydable, tendue dans un cadre. La toile est définie par son nombre de meshes, c'est-à-dire le nombre de fils par pouce (1 pouce = 25,4mm), fonction du diamètre  $d$  du fil et du vide de maille  $W$  (figure II.6).



**Figure II.6 : Maille d'une toile constituant un écran de sérigraphie**

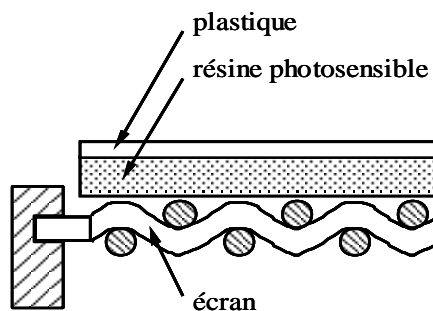
Le choix de l'écran dépend de l'encre utilisée lors la sérigraphie, notamment de la taille des grains la constituant. Dans le cadre de notre travail, pour faciliter la sérigraphie des matériaux hybrides étudiés, un écran de 325 meshes avec un angle de maillage de  $45^\circ$  est utilisé.

La préparation des écrans s'effectue selon le principe de la photolithographie dans une pièce inactinique. Cette opération consiste à déposer sur l'écran un film mince de résine photosensible. Ces résines sont des composés organiques, généralement des polymères

thermoplastiques, dont la solubilité est affectée par le rayonnement UV. Il en existe deux types :

- les résines négatives pour lesquelles le rayonnement UV entraîne une polymérisation des zones exposées, conférant ainsi à ces zones une tenue particulière au solvant de révélation, alors que les parties non insolées disparaissent sélectivement dans ce solvant,
- les résines positives pour lesquelles le rayonnement UV entraîne une rupture des macromolécules, d'où une solubilité accrue des zones exposées dans le révélateur.

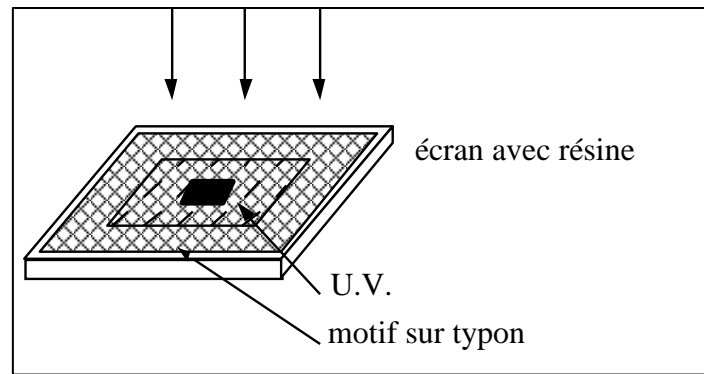
Un film de résine négative de 50µm d'épaisseur (MS FILM 50, Murakomi Co), recouvert d'un feuillet plastique de protection, est déposé sur un écran vierge et propre. La résine est préalablement trempée dans de l'eau froide (solvant de révélation) de façon à bien imprégner les mailles de l'écran lors du séchage en étuve (50°C pendant une heure), comme le montre la figure II.7.



**Figure II.7 : Préparation d'un écran de sérigraphie**

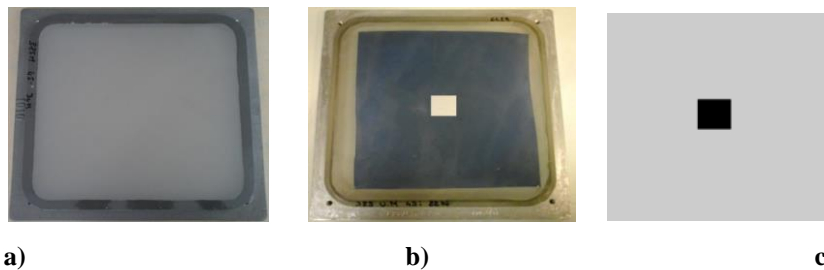
Après avoir enlevé le film plastique, le typon, qui représente le motif du substrat (donc des électrodes) sur lequel la sérigraphie du mélange hybride est effectuée, est plaqué contre la face supérieure, au centre de l'écran comme le montre la figure II.8. Le typon est réalisé à l'aide d'un logiciel de dessin puis imprimé sur du papier de type calque de façon à laisser passer les UV. La durée de l'insolation est fonction de l'épaisseur du film de résine. Pour une épaisseur de 50µm, trois à quatre minutes sont nécessaires pour que la résine non protégée polymérise sous l'effet du rayonnement UV.





**Figure II.8 : Insolation aux UV**

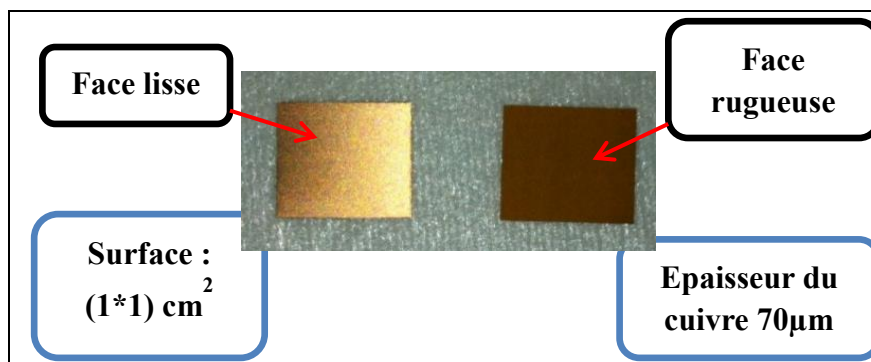
Un rinçage à l'eau tiède permet d'enlever la résine négative non-insolée, et de conserver les parties insolées insolubles dans l'eau. L'écran est ensuite étuvé à 50°C pendant deux heures. La figure II.9 représente l'un des écrans ainsi fabriqué.



**Figure II.9 : a) écran vierge (325 meshes, 45°), b) écran avec émulsion et c) typon**

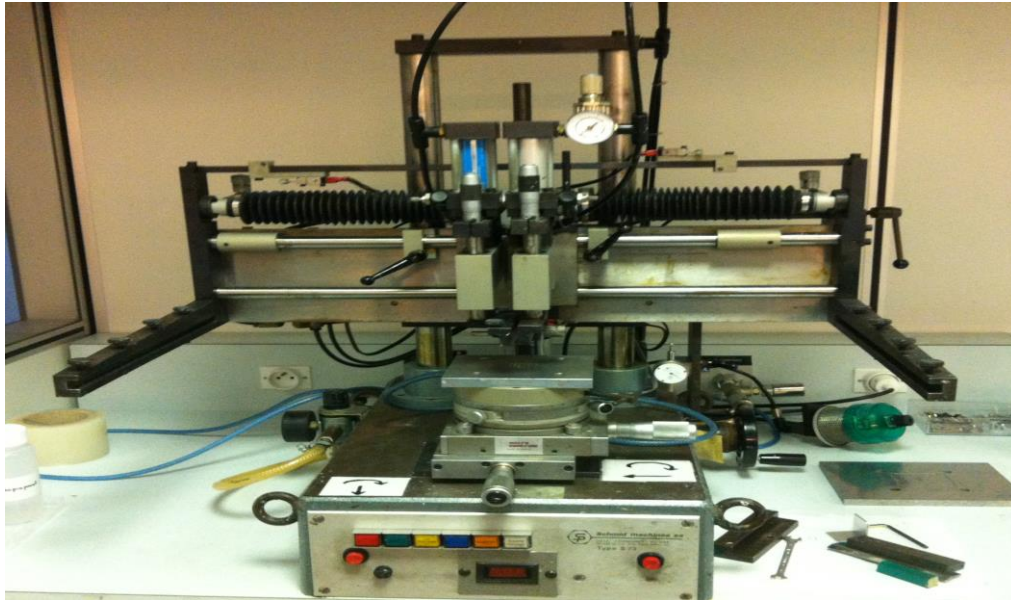
#### **II.4.2 Dépôt du diélectrique**

L'électrode de cuivre est placée au centre du support porte-substrat de la sérigraphieuse et maintenue par aspiration. L'écran est fixé sur le porte-écran au dessus du substrat. La figure II.10 représente l'électrode du condensateur sur laquelle le dépôt est réalisé et la figure 11, la sérigraphieuse utilisée pour effectuer les dépôts.



**Figure II.10 : Feuille de cuivre**

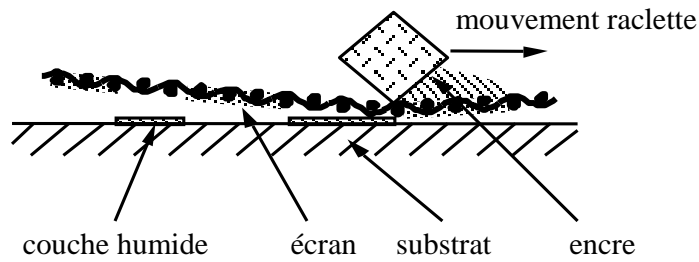
Les feuillards de cuivre se présentent en format A3 avec une épaisseur de 70  $\mu\text{m}$ . Des électrodes carrées de 1\*1  $\text{cm}^2$  sont découpées au laser par ALPHANOV. Le dépôt s'effectue sur sa face la plus rugueuse afin de faciliter l'adhésion du diélectrique sur le cuivre.



**Figure II.11 : Schéma de la machine à sérigraphier du laboratoire IMS**

Avant de procéder à la sérigraphie, différents types de réglage sont nécessaires : « hors-contact » (hauteur de l'écran par rapport au substrat), pression de la raclette, vitesse de déplacement de la raclette... Ces réglages, dont dépend l'épaisseur de la couche déposée, sont fonction du maillage de l'écran utilisé, de la viscosité de l'encre ainsi que de l'épaisseur de la résine.

Lors de la sérigraphie, l'encre doit être à température ambiante de façon à être suffisamment fluide. Une encre a un comportement pseudo-plastique, c'est-à-dire que sa viscosité diminue sous l'effet d'un cisaillement, ce qui facilite le passage à travers les mailles de l'écran sous l'effet de la raclette, et thixotropique puisque sa viscosité ré-augmente ensuite, pour ne pas s'étaler sur le substrat. Comme indiqué figure II.12, c'est le déplacement de la raclette sur le motif de l'écran et la pression exercée qui permettent de déposer l'encre sur le substrat qui va servir d'électrode.



**Figure II.12 : Principe de l'impression sérigraphique**

Dès que l'écran quitte la surface du substrat, le nappage commence. Pour obtenir une série de dépôt homogène, celui-ci s'effectue toujours dans le même sens de déplacement de la raclette, donc celle-ci doit revenir à son point de départ pour permettre le dépôt suivant.

#### ***II.4.3 Assemblage et traitement thermique du condensateur***

L'assemblage du condensateur et le traitement thermique associé sont détaillés dans la partie suivante car ces étapes dépendent fortement du type de matériau.

### **II.5 Protocole expérimental de réalisation des condensateurs**

Deux protocoles de réalisation des condensateurs ont été élaborés dans le cadre de ce travail. Le premier protocole concerne les composites hybrides céramique/polymère des séries I (G-GC\_1), II (G-GC\_2) et III (In-GC). Le second, établi dans le cadre du projet Passinano[Ben13], s'applique aux composites cœur@écorce des séries IV (In-Po) et V (CI-Po).

#### ***II.5.1 Protocole n°1 : composite classique (non cœur@écorce)***

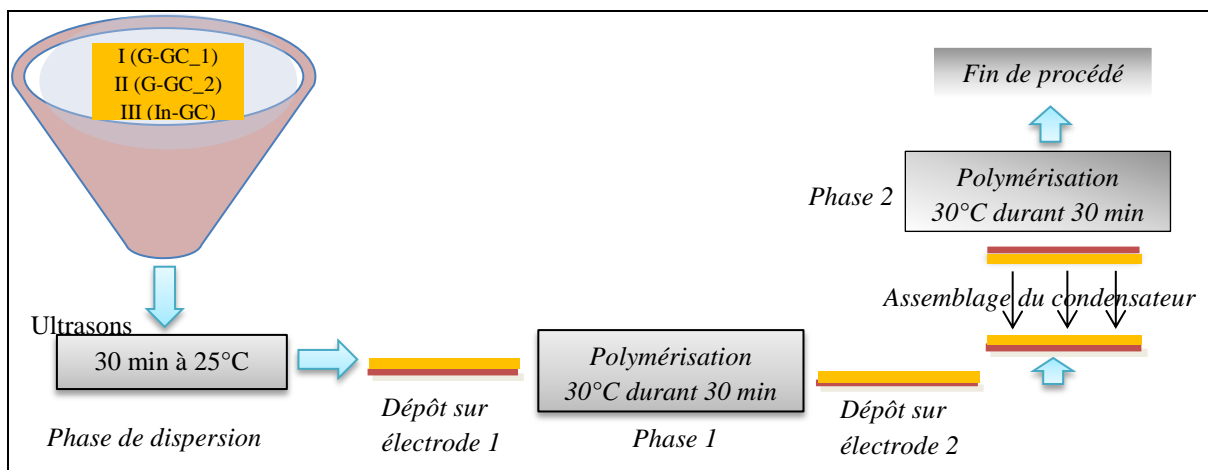
La figure II.13 décrit les différentes étapes de fabrication des condensateurs à base des matériaux céramique/polymère des séries I (G-GC\_1), II (G-GC\_2) et III (In-GC).

Dans un premier temps, la dispersion des particules de  $\text{BaTiO}_3$  dans le polyester est effectuée dans un bain à ultrasons à  $25^\circ\text{C}$  pendant 10 minutes. Cette première expérience n'ayant pas été concluante (présence d'agréats visibles à l'œil nu) le mélange est remis aux ultrasons durant 30 minutes toujours à  $25^\circ\text{C}$ .

Juste avant le dépôt, une goutte d'environ 0,1 ml d'initiateur (péroxyde de méthyléthylcétone) est rajoutée au mélange hybride afin d'accélérer plus tard le processus de polymérisation.

La deuxième étape consiste à déposer le mélange par sérigraphie sur une première électrode en cuivre de  $1 \times 1 \text{ cm}^2$  et de  $70 \text{ }\mu\text{m}$  d'épaisseur comme expliqué précédemment. Le dépôt est ensuite introduit dans une étuve à  $30^\circ\text{C}$  durant 30 minutes afin d'évaporer les solvants et débiter la polymérisation (Phase 1). Ainsi, on réalise d'abord une série de dépôts sur une électrode. Le temps entre la durée de réalisation de deux dépôts successifs sur une électrode est d'environ 4 à 6 minutes.

Au bout de 30 minutes de polymérisation du dépôt effectué sur la première électrode, nous effectuons à nouveau un dépôt la seconde électrode. Dès lors, les deux électrodes sont assemblées par superposition afin de constituer le condensateur. Le composant est alors de nouveau introduit dans l'étuve (Phase 2), afin de finaliser le processus de polymérisation à  $30^\circ\text{C}$  durant encore 30 minutes.



**Figure II.13 : Etapes de fabrication des condensateurs**

L'étape d'assemblage du condensateur est critique puisqu'elle sera garante de la qualité du condensateur. Les dépôts doivent être homogènes sur toute la surface des électrodes et doivent suffisamment adhérer au cuivre afin d'éviter respectivement les courts-circuits et les délaminations.

### **II.5.2 Protocole n°2 : composite cœur@écorce**

Ce protocole décrit la fabrication des condensateurs des séries IV (In-Po) et V (CI-Po) à base de matériaux cœur@écorce. Les étapes de fabrication sont quasi les mêmes que celles décrites dans le premier protocole (figure II.13). Cependant, le mélange étant synthétisé par

POLYRISE (fournisseur), l'étape de dispersion n'existe pas et le matériau est directement déposé sur la première électrode. Pour améliorer la processabilité du composite, nous avons utilisé le méthacrylate de méthyle (MMA) comme solvant. Tout comme dans le premier protocole, le dépôt s'effectue sur la première électrode et est mis dans l'étuve pour être polymérisé à 130°C durant 3 h. Ensuite, après avoir effectué le dépôt sur la seconde électrode, le condensateur est assemblé et aussitôt mis dans l'étuve durant 16 h à 130 °C pour terminer la polymérisation. Dans ce cas, nous n'avons pas utilisé d'initiateur.

## **II.6 Observation et caractérisation physico-chimique des couches**

Après avoir présenté les matériaux diélectriques et leurs procédés de mise en oeuvre, nous allons nous intéresser dans ce paragraphe à l'analyse de leur comportement physico-chimique et leurs caractéristiques structurales. Pour cela, nous allons d'abord présenter les techniques expérimentales de microanalyse telles que le MEB (Microscope Electronique à Balayage) et l'EDX (Energie Dispersive X ray), puis la micro-section destinées à l'étude des caractéristiques physico-chimiques et structurales respectivement.

### ***II.6.1 Intérêt et objectifs de l'analyse MEB des matériaux considérés***

Le microscope électronique à balayage (**MEB** en français ou **SEM** en anglais pour *Scanning Electron Microscope*) est un outil extrêmement utile pour l'étude de la surface de l'échantillon, car il offre une meilleure résolution que le microscope optique. Cette technique permet de réaliser des images en 3 dimensions qui permettent d'obtenir une vision globale de la dispersion des particules dans la matrice polymère. Cette technique utilise des électrons émis à partir d'un filament de tungstène sous une tension comprise entre 2 et 40 kV. Cette large gamme de tension d'étude est un avantage pour l'analyse de matériaux diélectriques. En effet, en utilisant des tensions plus faibles, on réduit les effets de charges qui perturbent l'acquisition d'images de bonne qualité, tout en évitant une métallisation préalable de l'échantillon. Les images présentées dans ce travail, ont été réalisées en collaboration avec B. Plano à l'aide du MEB JSM-6100 de la plateforme analyse et caractérisation de l'IMS. Le MEB couplé à l'EDX (Energie Dispersive X-ray) permet une microanalyse de la composition élémentaire des composites.

L'objectif de cette analyse sur les matériaux étudiés est double. Dans un premier temps, nous allons vérifier la composition chimique des couches déposés, dans un deuxième temps, nous

regarderons la distribution et la dispersion des dépôts. La distribution décrit l'homogénéité du dépôt sur le substrat, alors que la dispersion, décrit le niveau d'agglomération des charges inorganiques [Aja03-Sta06]. Ceci est résumé dans la figure II.14.

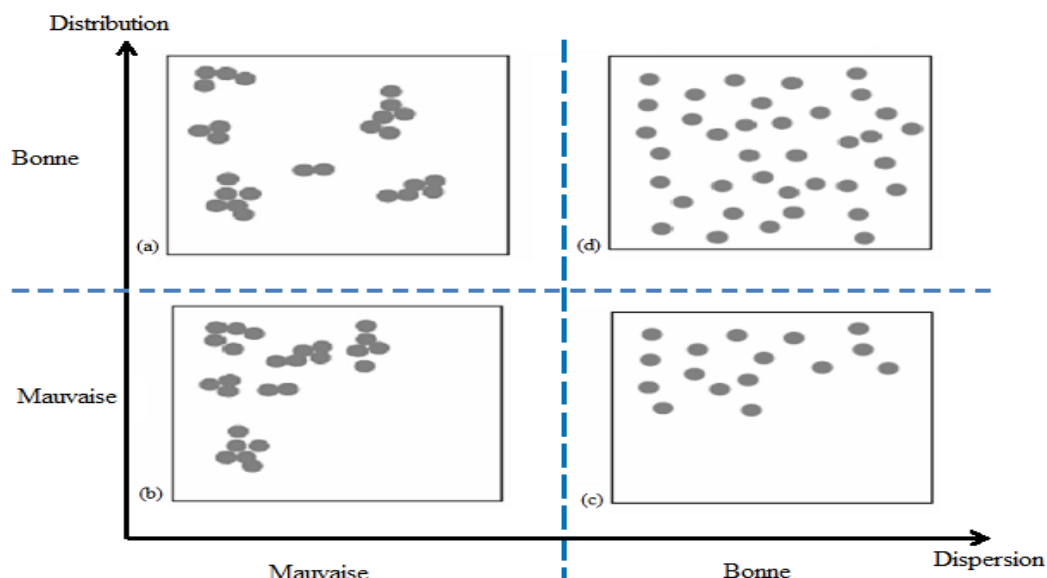
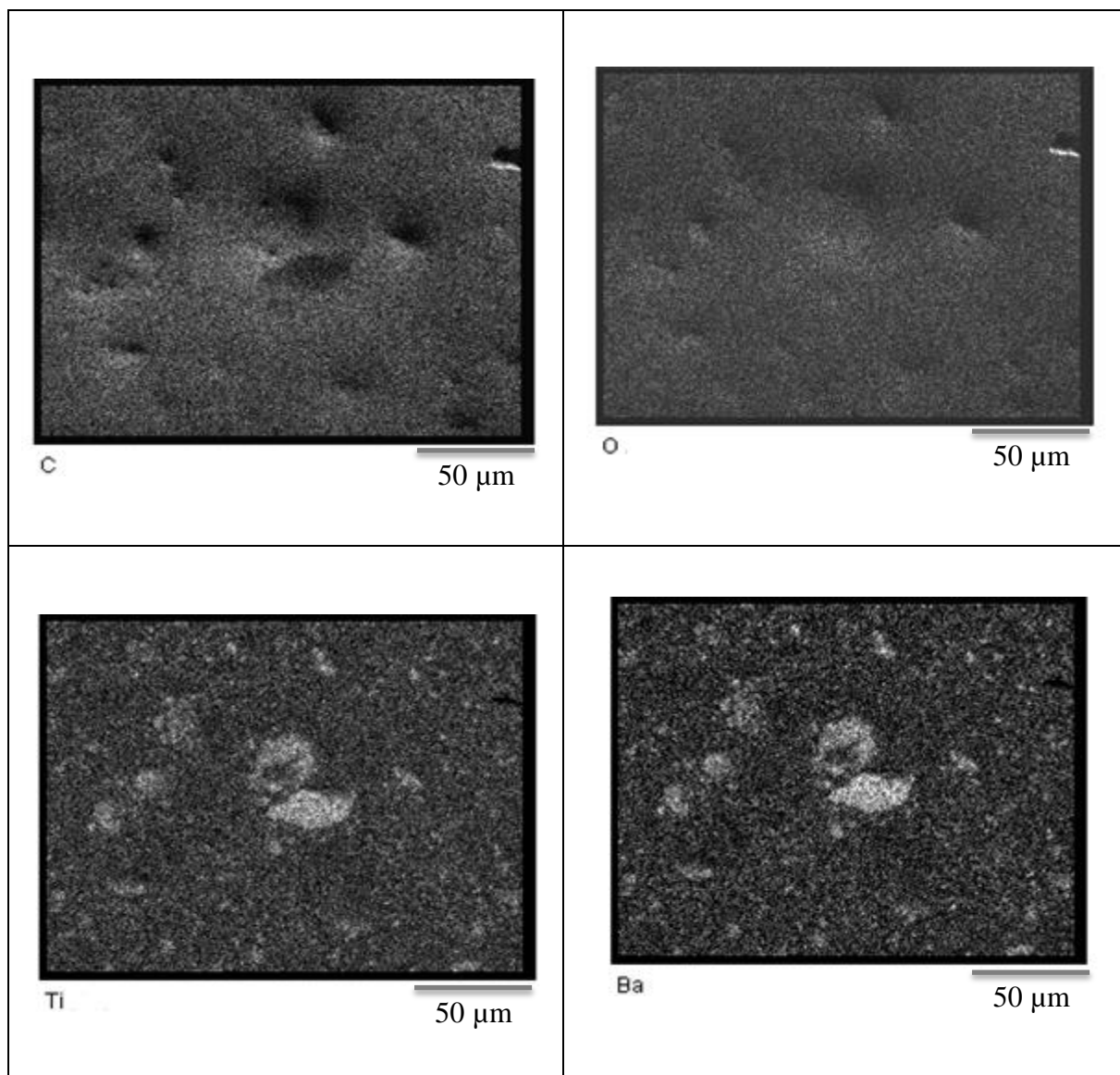


Figure II.14 : Illustration des notions de dispersion et de distribution

### II.6.2 Analyse de la composition chimique par EDX

La composition chimique des matériaux de chaque série est déterminée par EDX.

Le tableau II.3 présente la répartition des éléments chimiques des matériaux de la série I (G-GC\_1). Les principaux éléments constitutifs de la phase inorganique sont observés: baryum (Ba), titane (Ti) et oxygène (O). La phase organique est évidemment composée d'oxygène (O) et de carbone (C).

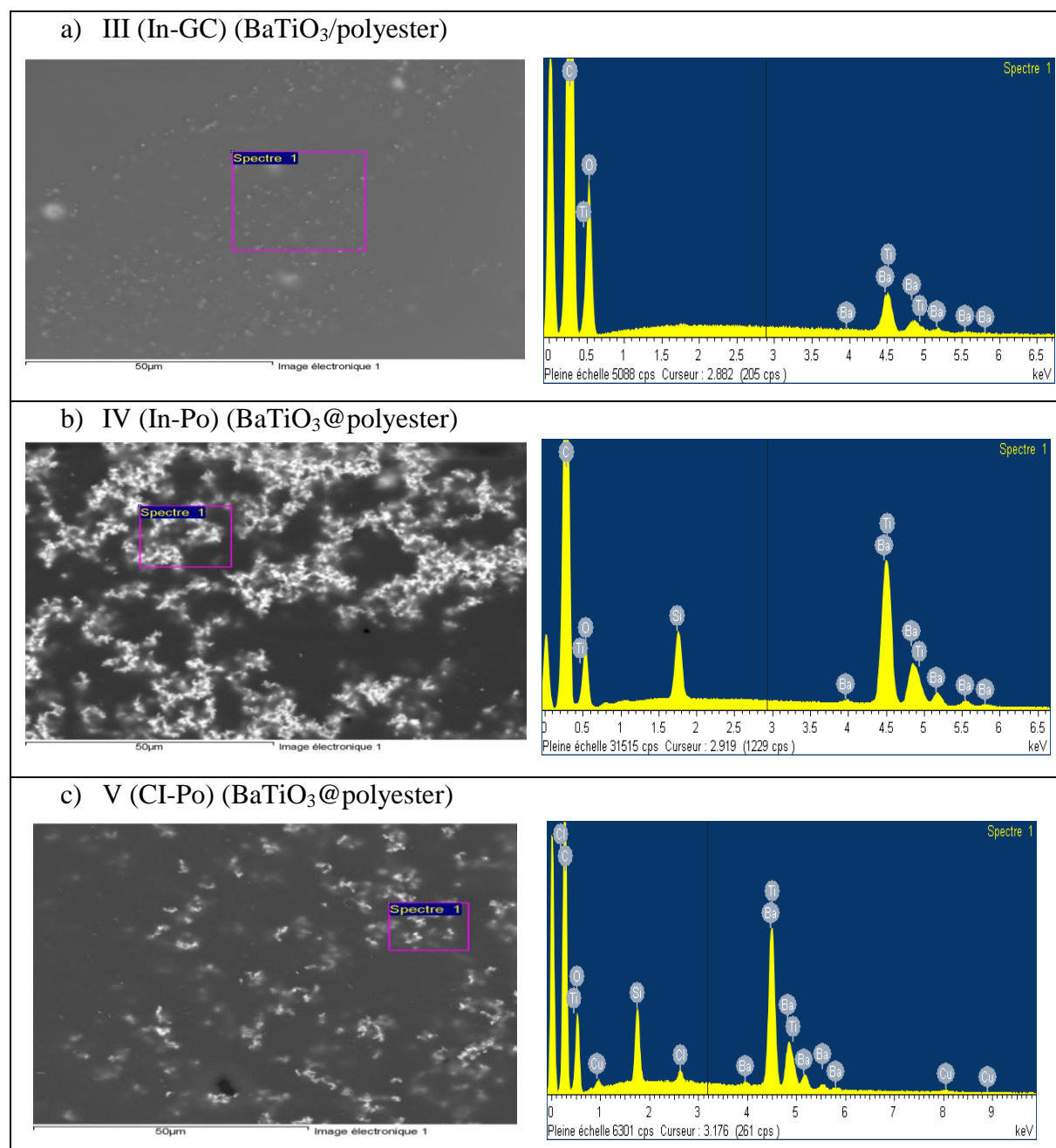


**Tableau II.3 : Répartition des éléments chimiques du composite (BaTiO<sub>3</sub>/polyester) à 27% de la série I (G-GC\_1)**

Les images a et b du tableau II.4 présentent respectivement les images et les spectres EDX des dépôts réalisés avec les matériaux des séries III (In-GC) et IV (In-Po) .

Le spectre EDX relatif à l'image (a) révèle bien la présence des mêmes éléments chimiques que la série I (G-GC\_1). Cependant, des traces de silicium sont également observées dans les matériaux cœur@écorce des séries IV ((In-Po) - image b) et V (CI-Po). Le silicium est ainsi très probablement introduit lors de la synthèse cœur@écorce réalisée par POLYRISE.

Concernant la série V (CI-Po), en plus des éléments attendus, des traces de chlore (Cl) et de cuivre (Cu) sont détectées. Le cuivre peut provenir de l'électrode alors que le chlore est probablement introduit lors de la synthèse des particules de BT au laboratoire CIRIMAT.



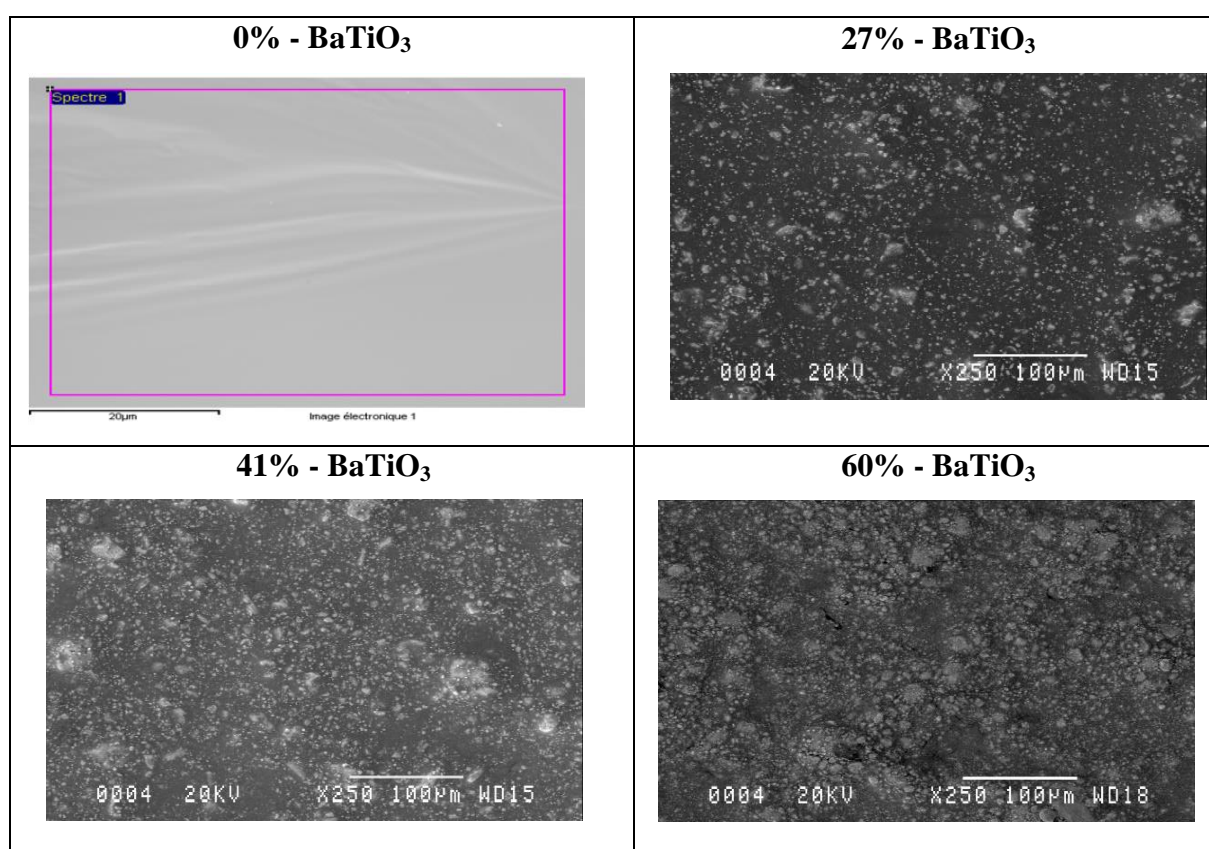
**Tableau II.4 : Répartition des éléments chimiques du mélange hybride : a) III (In-GC)-( $\text{BaTiO}_3$ /polyester) b) N°IV (In-Po)-( $\text{BaTiO}_3$ @polyester) et c) III (CI-GC)-( $\text{BaTiO}_3$ /polyester)**

Nous n'avons pas effectué d'analyse chimique sur la série II (GI-GC) en raison d'une trop faible quantité de particules de BST fournie par l'ICMCB.



### II.6.3 Observations MEB

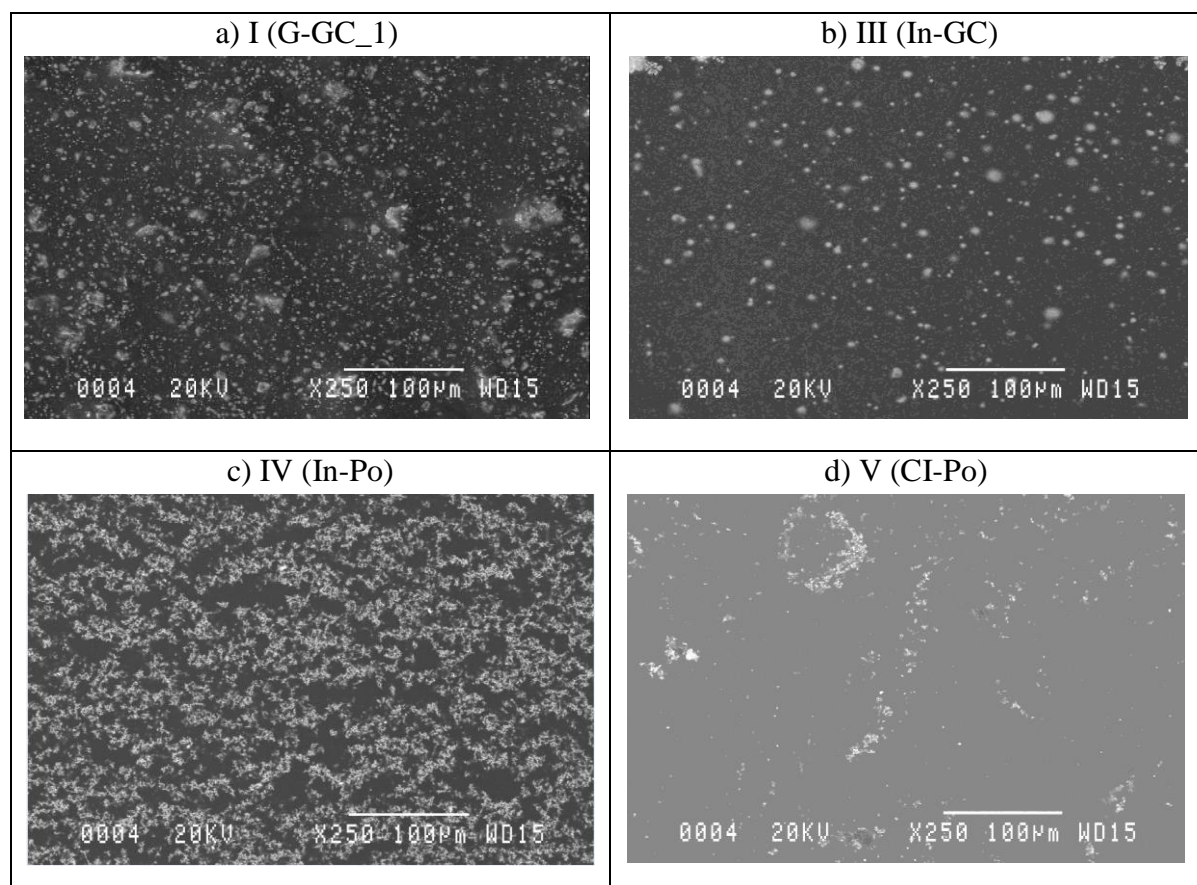
Les différents dépôts sont observés au MEB pour vérifier la distribution et la dispersion des particules de céramique dans le polymère. Le tableau II.5 présente les images MEB relatives aux dépôts de la série I (G-GC\_1) pour les quatre pourcentage massiques de BaTiO<sub>3</sub> : 0, 27, 41 et 60 % après réticulation. Naturellement, lorsque le polymère n'est pas chargé (sans BaTiO<sub>3</sub>), seule la matrice polymère est observée. Alors que sur l'ensemble des dépôts chargés à 27, 41 et 60 % de particules de BaTiO<sub>3</sub>, nous observons une bonne distribution et une relativement bonne dispersion avec cependant quelques agglomérats dont la taille est comprise entre 20 à 35 µm pour les plus forts taux de charge (à partir de 41%).



**Tableau II.5 : Images MEB des particules la série I (G-GC\_1) pour quatre taux de charge (0, 27, 41 et 60%) après réticulation**

Le tableau II.6 présente les images MEB réalisées pour un même taux de charge (27%) sur les dépôts réalisés avec les composites des séries I (G-GC), III ((In-GC), IV (In-Po) et V (CI-Po) après polymérisation. Nous observons une bonne dispersion et une bonne distribution des nanoparticules pour les dépôts réalisés avec les trois premières séries de

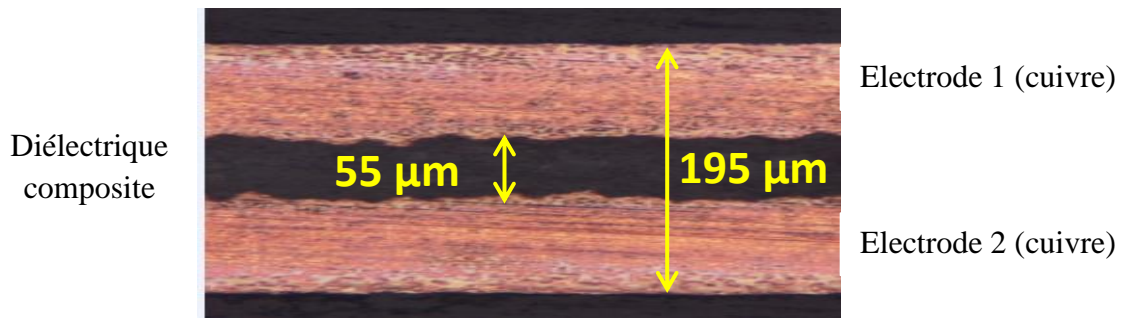
matériau, malgré quelques agglomérats présents dans le dépôt de la série I. Bien que le taux de charge soit identique, le dépôt réalisé avec le matériau de la série IV (In-Po), qui correspond à un matériau cœur@écorce, semble plus dense en particules inorganiques, ce que nous traduisons par une meilleure dispersion des particules dans le polymère. En revanche, une mauvaise distribution est observée avec le matériau de la série V, dont la différence avec le précédent est l'origine des particules de BT (CIRIMAT).



**Tableau II.6 : Images MEB des particules des séries (I, III, IV et V) après réticulation**

#### ***II.6.4 Détermination de l'épaisseur des couches par micro-section***

Après avoir fabriqué les condensateurs, deux à trois composants de chaque série de matériau sont sélectionnés afin de déterminer l'épaisseur du diélectrique par micro-section. L'image présentée à la figure II.15 est réalisée à l'aide d'une loupe binoculaire après micro-section. L'épaisseur des dépôts peut ainsi être déterminée. La valeur de l'épaisseur dépend des différents paramètres de réglage lors de la sérigraphie mais également du matériau diélectrique lui-même (thixotropie, viscosité, ...).



**Figure II.15 : Mesure de l'épaisseur d'un condensateur plan par microsection**

Trois micro-sections sont réalisées sur chaque condensateur de  $1 \times 1 \text{ cm}^2$  et trois mesures sont effectuées sur chacune d'elle (au milieu et de chaque côté). Nous obtenons une moyenne d'environ  $55 \pm 5 \text{ μm}$  sur l'épaisseur des dépôts pour l'ensemble des échantillons. Les dépôts sont assez homogènes sauf sur les bords des électrodes où l'épaisseur peut atteindre  $60 \text{ μm}$  à  $80 \text{ μm}$ . Cette augmentation de l'épaisseur sur les côtés peut être due à plusieurs phénomènes : un mauvais assemblage des électrodes (voir procédé de fabrication au paragraphe II.4) ou au retrait du composite sur les bords du à la viscosité du composite.

## II.7 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les phénomènes de polarisation qui régissent le comportement des matériaux diélectriques. Ensuite, nous avons décrit l'ensemble des matériaux étudiés avant de présenter la technique standard de dépôt qu'est la sérigraphie. En effet, deux types de matériaux hybrides inorganique / organique ont été étudiés :

- Les premiers correspondent à un mélange de particules de céramique ( $\text{BaTiO}_3$  ou  $\text{BaSrTiO}_3$ ) dispersées mécaniquement dans une matrice de polyester.
- Les seconds correspondent à une structure cœur@écorce (cœur inorganique de  $\text{BaTiO}_3$  enrobé d'une écorce organique de polyester hyper-ramifiée sur laquelle sont greffées des fonctions chimiques méthacrylates assurant les liaisons avec les autres particules).

Nous avons réalisés cinq séries de matériaux hybrides, les deux dernières séries correspondant à la structure cœur@écorce. Seuls les matériaux de la série I (G-GC\_1) ont été étudiés pour les charges massiques de 0, 27, 41 et 60% de nanoparticules. Un taux de 27% a été étudié pour les autres séries.

### **Les principaux résultats sont les suivants :**

- La composition chimique élémentaire des mélanges a été vérifiée par EDX. Des traces d'impuretés ont été observées dans les matériaux des séries IV (In-Po) et V (CI-Po) qui correspondent aux structures cœur@écorce.
- Des observations au MEB ont permis de vérifier l'homogénéité de la dispersion et de la distribution des particules dans la matrice polymère. Hormis la série V (CI-Po) où nous avons observé une mauvaise distribution, probablement due à l'agglomération des particules avant l'incorporation dans le polymère l'ensemble des dépôts présentent une bonne homogénéité. Cependant, dans la série I (G-GC\_1), nous observons quelques agglomérats pour les plus forts taux de charge, ce qui est communément observé dans la littérature. Pour un même taux de charge, la dispersion des particules du matériau de la série IV (In-Po), qui correspond à un matériau cœur@écorce, semble la plus optimale, ce qui nous conforte dans notre choix d'utiliser la technologie cœur@écorce pour limiter les agglomérats et ainsi améliorer la dispersion.

Dans le chapitre suivant, les condensateurs réalisés à partir des différents matériaux seront caractérisés électriquement dans la gamme de fréquence [10 kHz – 13 MHz].



### **CHAPITRE III : CARACTERISATION ELECTRIQUE DES MATERIAUX HYBRIDES CERAMIQUE/POLYMERE**



## Chapitre III : Caractérisation électrique des matériaux hybrides céramique/polymère

### III.1 Introduction

Après avoir décrit les matériaux diélectriques composites et leur mise en forme au chapitre II, nous allons à présent nous intéresser à leurs propriétés électriques. Ainsi, nous cherchons à obtenir des valeurs de permittivités élevées pour fabriquer des condensateurs présentant une large gamme de capacité et des pertes acceptables. Pour cela, la permittivité  $\epsilon'$  et les pertes diélectriques sont évaluées à basse fréquence [10 kHz – 10 MHz] et haute fréquence [1 GHz – 5 GHz]. Ensuite, à l'issue de cette étude, deux séries de matériaux sont sélectionnées pour la mesure du courant de fuite, grandeur caractéristique majeure pour un condensateur. Enfin, en vue d'intégrer ces composants à l'intérieur du circuit imprimé parfois souple et flexible, le comportement piézoélectrique de composites ayant un taux de charge jusqu'à 60% est évalué.

### III.2 Caractérisation électrique : détermination de la permittivité et des pertes diélectriques

Dans ce paragraphe, nous allons étudier les propriétés diélectriques des matériaux présentés dans le chapitre II.3.

#### *III.2.1 Techniques de caractérisation électrique des matériaux composites*

Les techniques de caractérisation électrique présentées dans la figure III-1 permettent de déterminer la permittivité  $\epsilon'$  et les pertes diélectriques du matériau en fonction de la fréquence, de la température et du champ électrique appliqué. Dans le cadre de ce travail, les mesures sont principalement réalisées en fréquence à partir de la technique de mesure d'impédance basses fréquences et de la technique de réflexion d'onde évanescence, que nous allons présenter dans le corps de ce chapitre. Nous avons choisi en particulier ces deux techniques de mesures compte-tenu de la disponibilité des dispositifs de test au laboratoire.



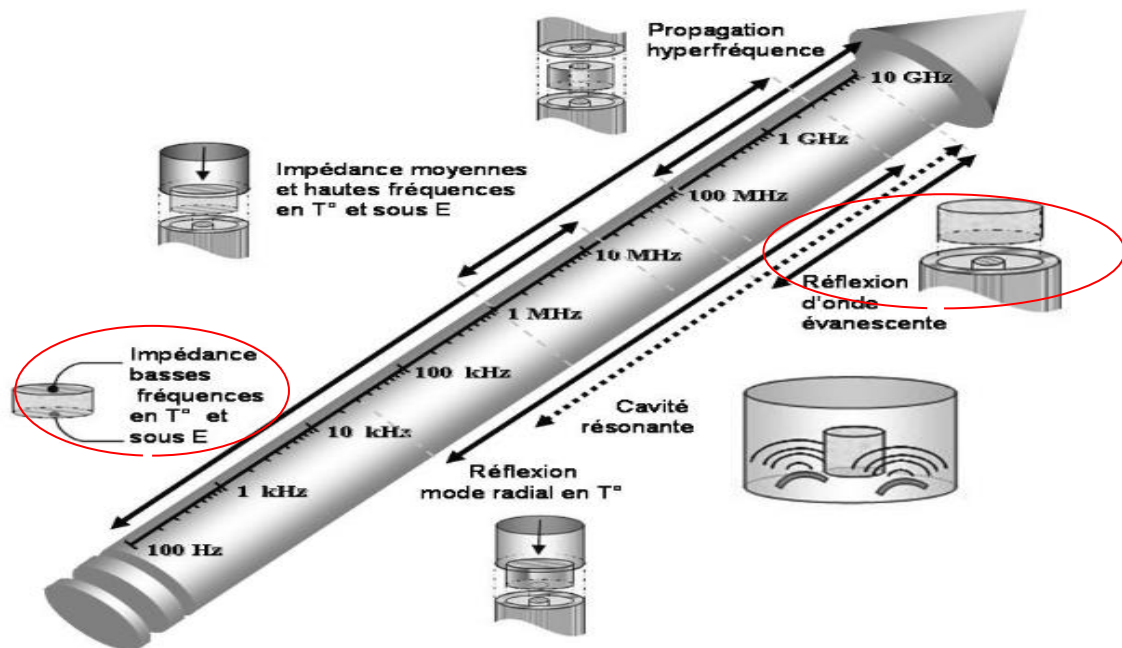


Figure III.1 : Techniques de caractérisation électrique dans une large gamme de fréquence, en température (T), et sous champ électrique (E) [Hub03]

### III.2.2 Caractérisation électrique en basse fréquence [10 kHz - 10 MHz]

#### III.2.2.1 Description du banc de mesure

La figure III.2 représente le banc utilisé pour caractériser les condensateurs plans en basse fréquence. Le banc est composé d'un analyseur d'impédance HEWLETT-PACKARD HP4192A balayant des fréquences comprises entre 5 Hz et 13 MHz, piloté par ordinateur à l'aide d'un programme LabVIEW. Le condensateur sous test est connecté via deux pointes au banc de mesure.

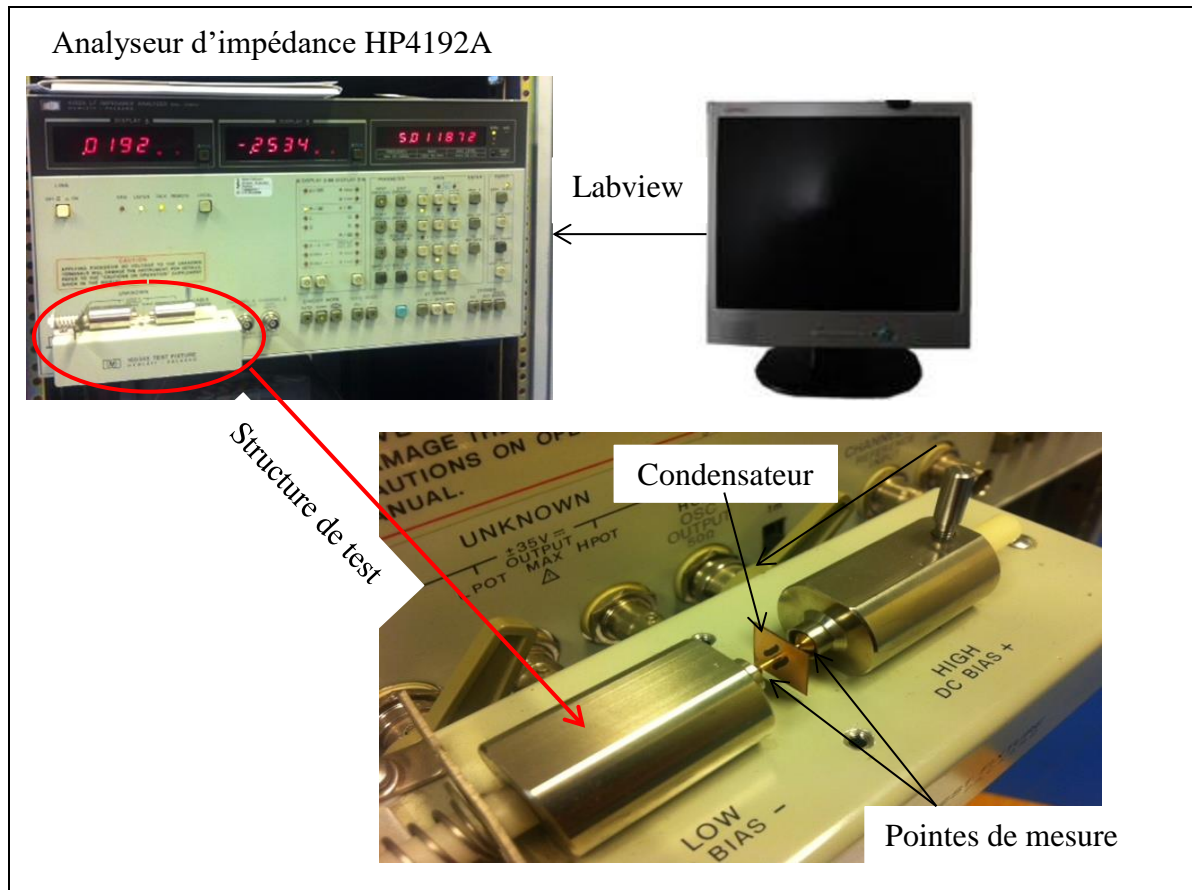


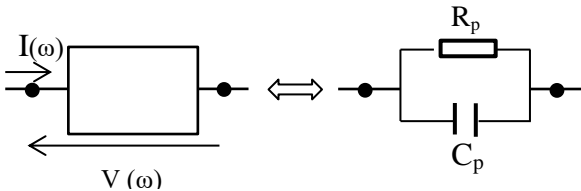
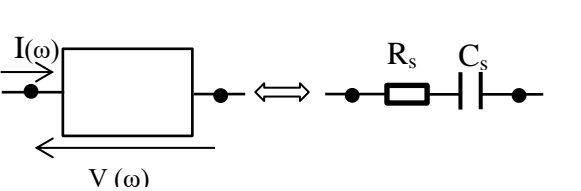
Figure III.2 : Illustration du banc de mesure des condensateurs plans

### III.2.2.2 Méthodologie d'extraction de la permittivité relative et des pertes diélectriques

Le banc de test présenté dans la figure III.2 permet de mesurer les grandeurs de base telles que le module et la phase de l'impédance ou de l'admittance mais aussi la résistance et la réactance parallèle ou série équivalentes.

Le tableau III.1 rassemble les expressions reliant l'impédance (ou l'admittance) à la résistance et la capacité ainsi qu'à la permittivité et aux pertes diélectriques selon le modèle électrique choisi (parallèle ou série). On rappelle l'expression de la permittivité relative définie au chapitre II, paragraphe II.2.2.

$$\epsilon_{r(\omega)} = \epsilon'_{(\omega)} - i\epsilon''_{(\omega)} \quad (\text{III.1})$$

Circuit parallèle (Admittance)	Circuit série (Impédance)
	
$Y(\omega) = \frac{I(\omega)}{V(\omega)} = jC\omega = \frac{1}{R_p} + jC_p\omega$	$Z(\omega) = \frac{V(\omega)}{I(\omega)} = \frac{1}{jC\omega} = R_s + \frac{1}{jC_s\omega}$
$\frac{1}{R_p} = \varepsilon''(\omega)C_0\omega$ $C_p = \varepsilon'(\omega)C_0$	$R_s = \frac{\varepsilon''(\omega)}{C_0\omega(\varepsilon'^2 + \varepsilon''^2)}$ $C_s = \frac{C_0(\varepsilon'^2 + \varepsilon''^2)}{\varepsilon'}$
$\frac{1}{R_p} = \frac{1}{R_s} \frac{X^2}{1 + X^2} \quad \text{et} \quad C_p = \frac{C_s}{1 + X^2}$ <p>avec <math>X = R_s C_s \omega</math>      et      <math>C_0 = \frac{\varepsilon_0 S}{d}</math></p>	

**Tableau III.1 : Relations de passage [Agi00]**

Avec :

- $R_s$  et  $R_p$  : les résistances série et parallèle (en Ohm)
- $C_s$  et  $C_p$  : les capacités série et parallèle (en Farad)
- $C_0$ : la capacité du condensateur plan dans le vide (en Farad)
- $d$  : l'épaisseur du diélectrique entre les électrodes (en mètres)
- $S$  : la surface des électrodes (en mètres carrés)
- $Z$  et  $Y$  : l'impédance et l'admittance du condensateur (respectivement en Ohm et Siemens)
- $I$  et  $V$  : le courant traversant le condensateur et la tension aux bornes du condensateur (respectivement en Ampères et Volts)
- $\omega$  : la pulsation (en radians par seconde)

En utilisant les relations du tableau III.1, nous pouvons déduire des mesures de  $R_s$  et  $C_s$  les valeurs de la permittivité  $\varepsilon'$  et des pertes diélectriques  $\varepsilon''$  à l'aide des expressions suivantes :

$$\varepsilon'(\omega) = \frac{C_s}{\frac{\varepsilon_0 S}{d} (1 + (R_s C_s \omega)^2)} \quad \text{et} \quad \varepsilon''(\omega) = \frac{R_s C_s^2 \omega}{\frac{\varepsilon_0 S}{d} (1 + (R_s C_s \omega)^2)} \quad (\text{III.2}), (\text{III.3})$$

Le calcul de l'angle de pertes se fait en utilisant l'équation (III.4) établie dans le chapitre précédent :

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''(\omega)}{\varepsilon'(\omega)} \quad (\text{III.4})$$

### III.2.3 Caractérisation électrique en haute fréquence [1 GHz – 5 GHz]

#### III.2.3.1 Principe de la mesure par sonde à effet de bout

##### - Principe de la sonde à effet de bout

Le principe de la cellule à effet de bout consiste à mesurer le coefficient de réflexion à l'interface coaxial/échantillon et à en déduire, par le calcul, les propriétés diélectriques du matériau. L'échantillon doit avoir une surface plus grande que le diamètre [Der94] du coaxial, ou être placé dans une cellule cylindrique [Li95][Tah88].

En considérant que la propagation se fait selon le mode TEM (Transverse Electromagnétique) dans la ligne coaxiale, la sonde peut être représentée par le schéma équivalent suivant :

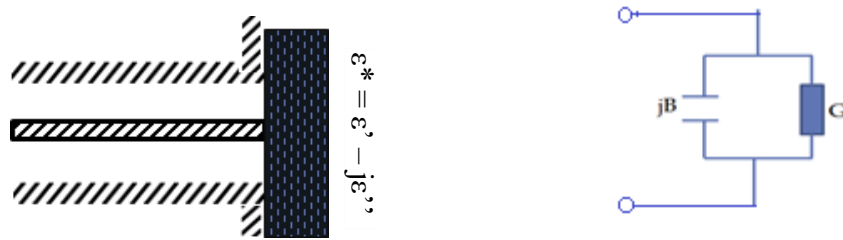


Figure III.3 : a) Cellule avec plan de masse ; b) Schéma électrique équivalent

L'admittance de la sonde s'écrit :

$$Y = G + jB \quad (\text{III.5})$$

avec  $G$  : la conductance (en Siemens) et  $B$  : la susceptance (en Siemens)

- *Description du banc de mesure large bande*

La figure III.4 décrit le banc de mesure dans lequel est insérée la sonde à effet de bout. Les mesures ont été réalisées en collaboration avec la cellule de transfert technologique A2M du laboratoire IMS. Le banc de mesure est composé d'un analyseur de réseaux vectoriel de type N5242A de Agilent commandé par ordinateur dont la fréquence de fonctionnement s'étend de 10 MHz à 26,5 GHz.

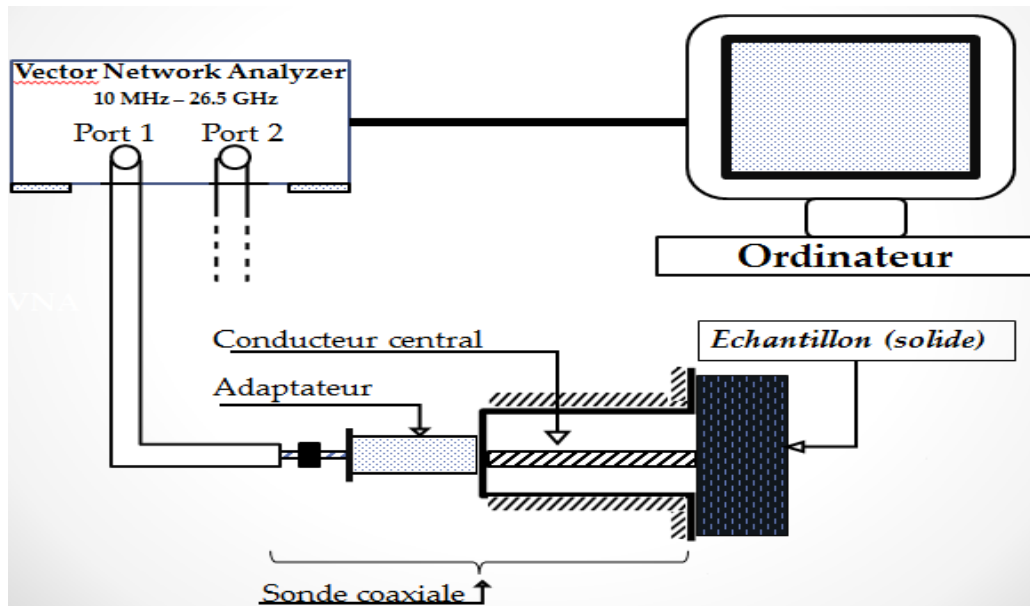


Figure III.4 : Banc de mesure de matériaux à l'aide d'une sonde à effet de bout

- *Méthodologie d'extraction de la permittivité relative et des pertes diélectriques*

La figure III.5 décrit les phases de mesure avec la sonde à effet bout. Les mesures se déroulent en trois étapes :

- le calibrage de l'analyseur,
- la mesure de référence,
- la mesure de l'échantillon

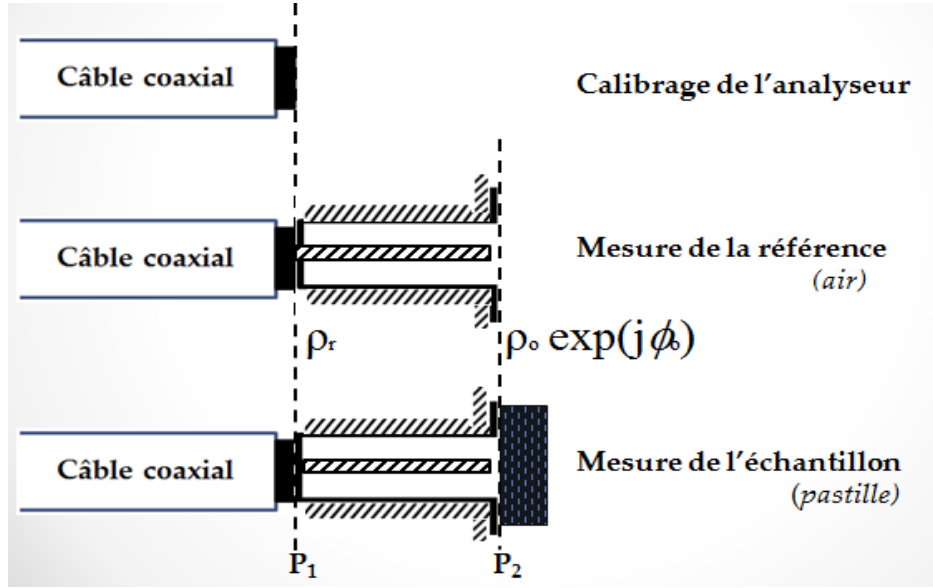


Figure III.5 : Schéma descriptif des étapes de mesure

Comme les mesures de l'analyseur de réseaux sont entachées d'erreurs liées aux valeurs résiduelles provenant de l'analyseur et des sondes, la première étape de mesure consiste à calibrer l'analyseur. Le calibrage est effectué dans le plan P1, à l'aide de trois charges caractéristiques connues : un court-circuit, un circuit ouvert et une charge adaptée.

La deuxième étape consiste à effectuer une mesure de référence qui permet de compenser la longueur de la cellule de la sonde et la capacité  $C_f$  ( $C_f$  correspond à la capacité liée au champ électrique dans la ligne de discontinuité). Une mesure du coefficient de réflexion dans le plan P2 (figure III.5) est réalisée et mise en mémoire. L'expression du coefficient de réflexion dans le plan P1 est :

$$\rho_r = \rho_o \exp(j\phi_0) \exp(j4\pi l/\lambda) \quad (\text{III.5})$$

Où  $l$  est la longueur électrique de la sonde et  $\lambda$  la longueur d'onde dans le câble coaxial.  $\rho_r$  et  $\rho_o$  représentent respectivement le coefficient de réflexion du câble coaxial et celui de la sonde dans l'air.  $\phi_0$  représente le déphasage.

L'expression du coefficient de réflexion peut aussi s'écrire sous la forme suivante :

$$\rho_r = \frac{Y_o - Y_{air}}{Y_o + Y_{air}} \exp(j4\pi l/\lambda) \quad (\text{III.6})$$

La dernière étape consiste en la mesure du coefficient de réflexion qui s'écrit :

$$\rho_{\text{mes}} = \frac{Y_o - Y}{Y_o + Y} \exp(j4\pi l/\lambda) \quad (\text{III.7})$$

La normalisation de la mesure par la référence  $\frac{\rho_{\text{mes}}}{\rho_r}$  élimine le terme du rapport dû à la propagation dans la sonde. Cette procédure suppose que la connexion entre l'analyseur et la sonde soit parfaitement adaptée.

- Pour les fréquences inférieures à 1 GHz, nous obtenons l'expression suivante :

$$\frac{\rho_{\text{mes}}}{\rho_r} = \frac{Y_0 - jC\omega\epsilon^*}{Y_0 + jC\omega\epsilon^*} \bullet \frac{Y_0 + jC\omega}{Y_0 - jC\omega} \quad (\text{III.8})$$

avec  $jC\omega\epsilon^* = Y$  et  $jC\omega = Y_{\text{air}}$  ; (G est négligeable ce qui peut être vérifié expérimentalement :  $\left| \frac{\rho_{\text{mes}}}{\rho_r} \right| = 1$ ).

- Pour des fréquences supérieures à 1 GHz :

La mesure du coefficient de réflexion en module et en phase:  $\left| \frac{\rho_{\text{mes}}}{\rho_r} \right|$  ;  $(\phi_{\text{mes}} - \phi_0)$  permet de déterminer :

- les valeurs des éléments du circuit équivalent (B et G) à partir de l'admittance si la permittivité de l'échantillon est connue (étalon), [Mar87], et on obtient :

$$G = \frac{1 - |R|^2}{Z_0 (1 + 1 - 2|R|\cos\phi + |p|^2)} \quad (\text{III.9})$$

$$B = C\omega = \frac{-2|R|\sin(\phi_{\text{mes}} - \phi_0)}{Z_0 (1 + 2|R|\cos(\phi_{\text{mes}} - \phi_0) + |R|^2)} \quad (\text{III.10})$$

$$\text{avec } R = \left| \frac{\rho_{\text{mes}}}{\rho_r} \right| \frac{Y_0 + Y_{\text{air}}}{Y_0 - Y_{\text{air}}} \quad (\text{III.11})$$

- la permittivité complexe de l'échantillon B et G sont connues, ce qui est le cas dans notre étude.

En basse fréquence,  $G_0 = 0$  et on en déduit alors les caractéristiques diélectriques par une inversion numérique des relations précédentes :

$$\varepsilon' = \frac{B}{\varepsilon_0 \omega C_0} - \frac{C_f}{C_0} \quad (\text{III.12})$$

$$\varepsilon'' = \frac{G}{\varepsilon_0 \omega C_0} \quad (\text{III.13})$$

$C_0$  représente la capacité liée au champ électrique concentré dans le diélectrique en contact avec la sonde.

Aux fréquences élevées ( $> 1$  GHz) et pour des matériaux à forte permittivité, il faut tenir compte du facteur de correction [Gad80 et Mar87] lié à la conductance  $G_0$  de la sonde ouverte à l'espace libre. Les formules ci-dessus deviennent alors :

$$\varepsilon' = \frac{B}{\varepsilon_0 \omega C_0} - \frac{C_f}{C_0} - \frac{G_0}{\varepsilon_0 \omega C_0} \beta \quad (\text{III.14})$$

$$\varepsilon'' = \frac{G}{\varepsilon_0 \omega C_0} - \frac{G_0}{\varepsilon_0 \omega C_0} \alpha \quad (\text{III.15})$$

où  $\alpha$  et  $\beta$  vérifient la relation suivante

$$\alpha - j\beta = \left( \frac{B}{\varepsilon_0 \omega C_0} - \frac{C_f}{\varepsilon_0 C_0} - j \frac{G_0}{\varepsilon_0 \omega C_0} \right)^{5/2} \quad (\text{III.16})$$

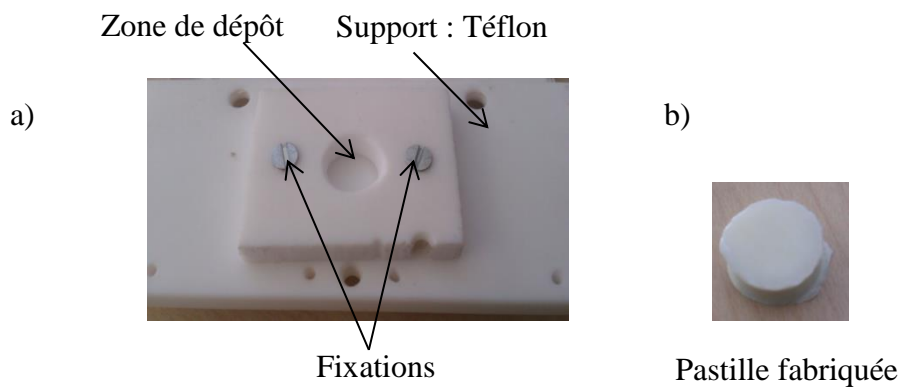
Cette théorie suppose que le milieu diélectrique à caractériser est semi-infini, mais dans la pratique, la sonde est en contact avec un milieu fini. Il est donc important de s'assurer qu'il n'y a pas de réflexion sur la face opposée de l'échantillon diélectrique. Pour cela, des méthodes numériques [Baj83] et [And86], telles que la méthode des moments (MOM) et la méthode des éléments finis (FEM), peuvent permettre d'évaluer la profondeur de pénétration du champ électrique. Dans notre cas, nous avons fabriqué des pastilles présentant de grandes épaisseurs afin de limiter la propagation du signal sur la face opposée de l'échantillon. Une grande partie des mesures des sondes de référence a été effectuée par A. Mouhsen [Mou95].



### ***III.2.3.2 Fabrication de la pastille***

Comme nous venons de l'expliquer, la caractérisation du diélectrique par cette méthode nécessite une préparation préalable pour mettre en forme le matériau sous forme de pastille. Nous avons sélectionné le matériau composite de la série III (In-GC) qui correspond à un mélange de  $\text{BaTiO}_3$  commercial avec du polyester (Tableau II.2 du chapitre II). Notre choix s'est porté sur ce matériau composite car il est plus facile à mettre en œuvre d'une part grâce à la présence d'initiateur (péroxyde de méthyléthylcétone) qui permet d'accélérer le processus de polymérisation, d'autre part en raison de la grande quantité de composites à notre disposition. Cela permet de réaliser des pastilles de 5mm d'épaisseur.

Nous avons réalisé un dispositif (figure III.6.a) à base de teflon pour fabriquer les pastilles, car ce matériau supporte des températures jusqu'à 250°C. Puis, nous suivons le protocole de mélange décrit dans le chapitre II.4.1. Après avoir effectué la dispersion du mélange durant 30 minutes à 25 °C aux ultrasons, le matériau composite est déposé dans la zone de dépôt en forme de pastille. Le dispositif est ensuite introduit dans l'étuve à 30°C durant 1h. La figure III.6.b représente la pastille ainsi fabriquée. Elle présente un diamètre de 1 cm et une épaisseur de 5 mm.



**Figure III.6 : a) Dispositif de fabrication de pastille ; b) Pastille fabriquée**

### ***III.2.4 Résultats et discussions***

Les mesures effectuées sur les différents matériaux composites sont discutées tout au long de ce paragraphe.

### ***III.2.4.1 Détermination des propriétés diélectriques en basse fréquence***

#### ***– Influence de la durée de polymérisation***

Cette étude a pour but d'observer l'influence de la durée de la polymérisation sur les propriétés du diélectrique. Pour cela, dans un premier temps, une étude a été menée sur huit composants identiques de même concentration de particules (27 % en masse) sélectionnés dans la série I (G-GC\_1) qui correspond à un mélange de BaTiO<sub>3</sub> synthétisées par l'ICMCB et de polyester commercialisé par GACHES CHIMIE (cf au tableau II.2 du chapitre 2).

L'épaisseur du diélectrique déposé par sérigraphie est mesurée après micro-section : l'épaisseur moyenne est de  $55 \pm 5 \mu\text{m}$  (cf. chapitre II, paragraphe II.5.2.3). Les composites sont déposés sur des électrodes de  $(1 \times 1) \text{cm}^2$  de surface.

La permittivité et la tangente de pertes sont obtenues à l'aide des relations (III.2) et (III.4) précédemment exposées.

Les figures III.7.a et III.7.b représentent respectivement l'évolution de la permittivité et de la tangente de pertes dans la gamme de fréquence [10 kHz - 10 MHz]. La légende indiquant le numéro des composants capa\_1, capa\_2...capa\_8, correspond à l'ordre de fabrication des condensateurs.

Nous observons un écart sur les valeurs de permittivité  $\epsilon'$  (soit  $\approx 0,5$  @ 10 kHz) entre les capa\_1 et capa\_4 successivement. Sur l'ensemble des composants, nous obtenons des valeurs de pertes diélectriques sensiblement identiques ( $\text{Tan } \delta \approx 0,03$ ) jusqu'à 1 MHz environ.

La diminution de la permittivité au cours du temps montre que la polymérisation n'est pas terminée. A partir des capa\_5 à capa\_8, l'ensemble des composants présente une même valeur de permittivité ( $\epsilon' \approx 6,25$  @ 10 kHz). La polymérisation semble donc terminée au bout de 30 minutes. C'est pourquoi nous avons fixé la durée de la polymérisation du composite à 30 minutes, comme expliqué au chapitre II.

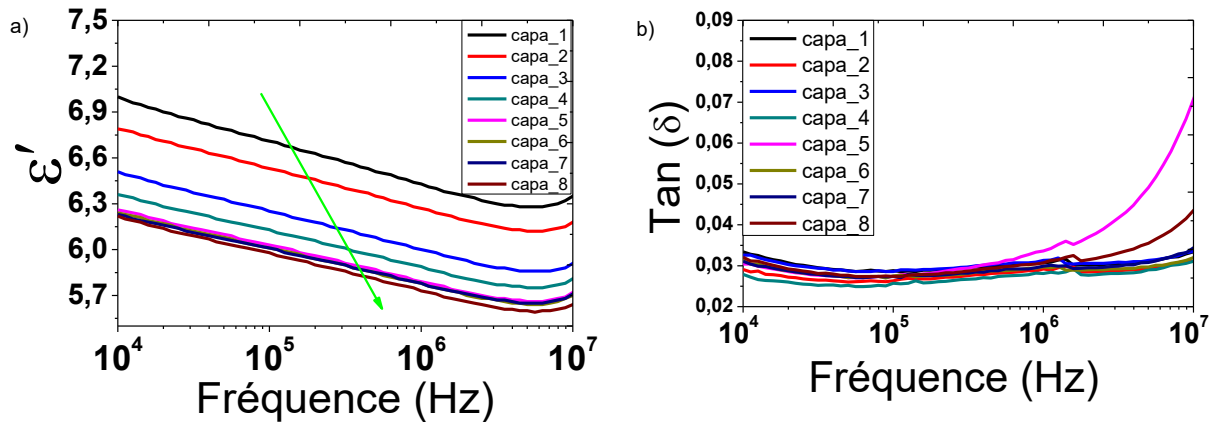


Figure III.7 : a) Variation de la permittivité diélectrique, b) et de la tangente de pertes en fonction du temps de polymérisation dans la gamme de [10 kHz-10 MHz]

#### - Influence du taux de charge sur les propriétés diélectriques

Des condensateurs de la série I (G-GC\_1) dont le diélectrique est chargé à 0% (sans  $\text{BaTiO}_3$ ), 27%, 41% et 60% sont fabriqués selon le process expliqué au chapitre II (cf. chapitre II.4). Le but est d'étudier l'influence du taux de charge sur les propriétés diélectriques.

La figure III.8 montre que la permittivité et les pertes diélectriques augmentent avec le taux de charge. Ceci peut être interprété par la polarisation interfaciale dans le composite sous l'application d'un champ alternatif [Rao00], [Vo02]. Ce phénomène se produit dans un système hétérogène comme des composites céramique-polymère en raison de l'accumulation de charges électriques au niveau des interfaces.

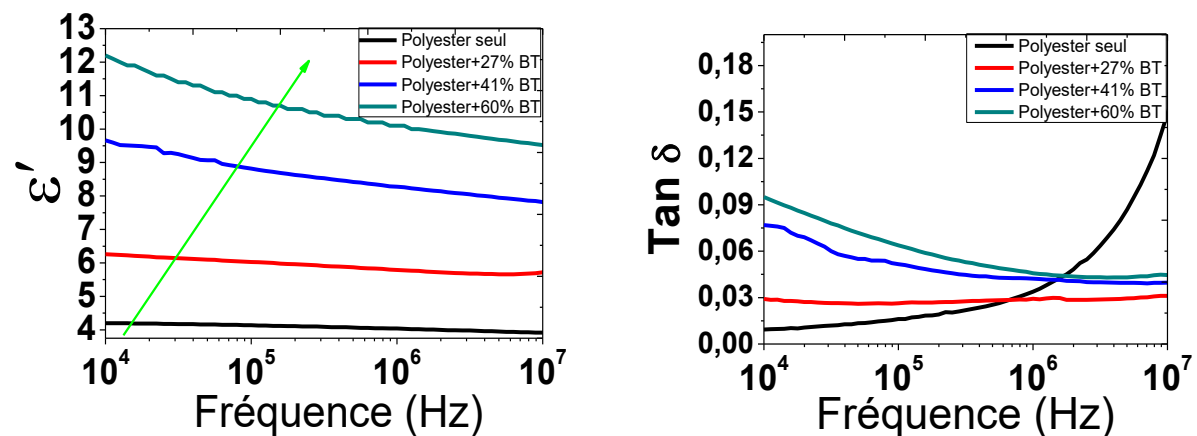


Figure III.8 : a) variation de la permittivité diélectrique et, b) de la tangente de pertes dans la gamme de [10 kHz - 10 MHz]

Ces résultats sont en accord avec les études issues de la littérature et présentées dans l'étude bibliographique effectuée dans le chapitre I au paragraphe I.3.4.

#### - Comparaison des matériaux étudiés

Maintenant que l'effet du taux de charge est vérifié, nous allons étudier les propriétés diélectriques de l'ensemble des matériaux des séries I à IV (cf Chapitre II, tableau II.2).

Les figures III.9.a et III.9.b représentent respectivement les variations de la permittivité et de la tangente de pertes dans la gamme [10 kHz - 10 MHz]. Comme nous l'avons précisé dans le chapitre II au paragraphe II.3, seul le taux de charge intermédiaire 27% est étudié pour l'ensemble des composites.

Les valeurs maximales de permittivité  $\epsilon'$  et de tangente de pertes diélectriques, respectivement égales à 9,69 et 0,2 à 10 kHz sont obtenues avec le matériau cœur@écorce de la série IV (In-Po) dont la taille des particules est de 100nm. Les séries I (G-GC\_1) et II (G-GC\_2) respectivement à base de particules de BaTiO<sub>3</sub> (20nm  $\pm$  6) et de Ba<sub>60</sub>Sr<sub>40</sub>TiO<sub>3</sub> (16nm  $\pm$  2) réalisées par l'ICMCB présentent des valeurs de permittivité plus faibles ( $\epsilon'$ (BaTiO<sub>3</sub>) = 6,25 et  $\epsilon'$ (Ba<sub>60</sub>Sr<sub>40</sub>TiO<sub>3</sub>) = 6,3). Cependant, la série I (G-GC\_1), à base de BaTiO<sub>3</sub>, présente une meilleure stabilité en fréquence mais également de plus faibles pertes.

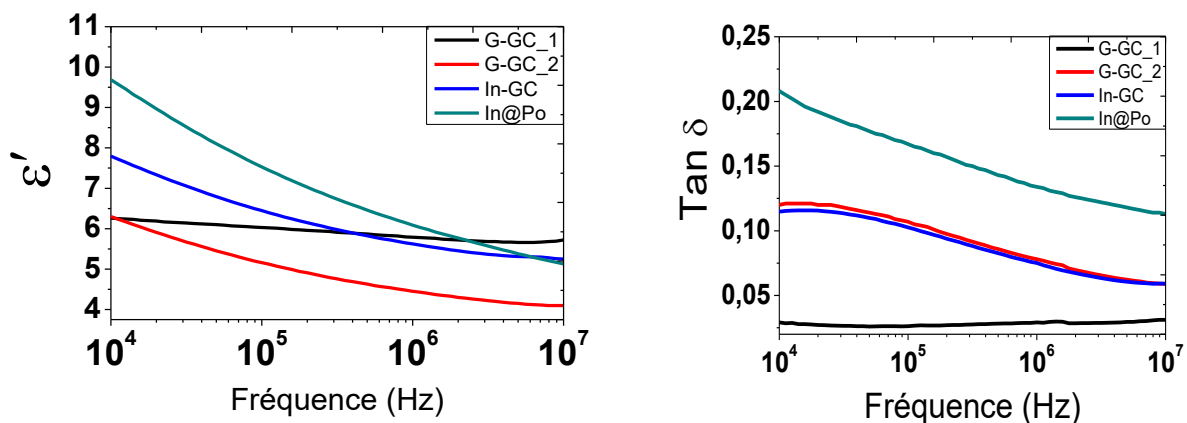


Figure III.9 : a) variation de la permittivité diélectrique et, b) de la tangente de pertes dans la gamme de [10 kHz - 10 MHz]

La structure cœur@écorce (série IV) conduit à la valeur de permittivité la plus élevée. La particularité de cette structure, rappelée dans le chapitre I.5 est de limiter la formation d'agglomérats dans le composite. En effet, la couche organique (un polyester ramifié)

enrobant le matériau céramique, permet d'inhiber tout contact entre les particules de  $\text{BaTiO}_3$ , évitant par conséquent, toute aggrégation entre elles. Dès lors, cette structuration innovante semble permettre d'obtenir des valeurs de permittivités plus élevées comparées à celles obtenues avec les composites classiques. En effet dans ces derniers, à la place du polymère, de l'air dont la permittivité est égale à 1, est emprisonné dans les interstices entre les particules agglomérées réduisant ainsi la permittivité effective.

D'autre part, la structure cristalline de la poudre de céramique varie avec la taille des particules [Arl85] [Was97]. Nos résultats sont conformes à ceux de la littérature (cf chapitre I.4.1 figure.I.17) puisque une permittivité plus élevée est obtenue avec des particules de  $\text{BaTiO}_3$  de 100 nm (par rapport aux particules de 20 nm).

Enfin, la nature des particules,  $\text{BaTiO}_3$  et de  $\text{Ba}_{60}\text{Sr}_{40}\text{TiO}_3$  synthétisées à l'ICMCB, utilisées respectivement dans les composites des séries I et II (cf chapitre II.3) a une influence sur les propriétés diélectriques. En effet, les propriétés électriques et les tailles (cf chapitre II. – tableau II.2) des particules de  $\text{BaTiO}_3$  et de BST sont sensiblement identiques.

#### **- *Extraction des valeurs de capacités de la série V (CI-Po)***

Compte-tenu de la faible quantité de matériau fournie, pour l'étude de la série V (Ci-Po), nous n'avons pas pu effectuer de micro-section permettant d'obtenir l'épaisseur de dépôt nécessaire pour le calcul des propriétés diélectriques par la formule (III.2) et (III.4) comme dans les séries précédentes. Cependant, à partir du spectromètre d'impédance, nous pouvons mesurer directement la capacité du condensateur en fonction de la fréquence.

Pour quatre condensateurs réalisés à partir du matériau de la série V, les valeurs de capacités sont relevées pour les fréquences suivantes: 10, 100, 1000 et 10000 kHz. Ensuite, pour chaque point de fréquence, nous faisons la moyenne des valeurs de capacités relevées. A 10 kHz, la valeur de capacité moyenne maximale du condensateur est de  $102,37 \text{ pF/cm}^2$ .

Le tableau III.2 présente les valeurs de capacités ainsi relevées au spectromètre d'impédance.

		Fréquence (kHz)			
		10	100	1000	10000
Capacité (pF/cm <sup>2</sup> )	Capa_1	105	76	61	51
	Capa_2	97	70	55	45
	Capa_3	104,5	73	57	46
	Capa_4	103	76	61	51,8
	Capa_moyenne	102,37	73,75	58,5	48,45

**Tableau III.2 : Extraction directe des valeurs de capacités par point de fréquence**

- *Comparaison des valeurs de capacités des matériaux étudiés*

Pour pouvoir comparer les valeurs de capacités obtenues sur l'ensemble des séries de condensateurs, nous avons donc choisi de relever les valeurs de capacités mesurées à 10 kHz.

Le tableau III.3 rappelle les composites étudiés. Les composites présentent une charge massique de 27% de BaTiO<sub>3</sub>. La surface des électrodes S est égale à (1 × 1) cm<sup>2</sup>. Les valeurs de capacité sont mesurées au spectromètre d'impédance mais également retrouvées à l'aide de la formule analytique de la capacité du condensateur présentée au chapitre IV dans l'équation IV.17. Dans le cas de la série V la valeur de la permittivité  $\epsilon'$  n'est pas présentée puisque l'épaisseur de dépôt n'est pas connue.

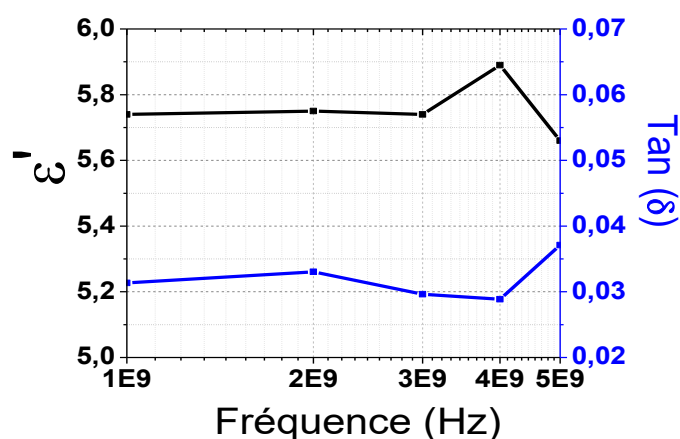
La valeur de capacité maximale relevée est de 155 pF/cm<sup>2</sup> à 10 kHz. Celle-ci correspond à la capacité de la série IV de la structure cœur@écorce.

Série-fab	Nature du composite	$\epsilon'$ @ 10 kHz	Epaisseurs ( $\mu$ m)	Taille des particules (nm)	Capacité Lue / calculée (pF/cm <sup>2</sup> )
I (G-GC_1)	BaTiO <sub>3</sub> /polyester	6,25	55±5	20 ± 6	100,01 / (100,73 ± 8,55)
II (G-GC_2)	Ba <sub>60</sub> Sr <sub>40</sub> TiO <sub>3</sub> /polyester	6,3	55±5	16 ± 2	101,05 / (101,37 ± 8,42)
III (In-GC)	BaTiO <sub>3</sub> /polyester	7,79	55±5	100	123,6 / (125,34 ± 10,44)
IV (In-Po)	BaTiO <sub>3</sub> @polyester	9,69	60±5	100	155 / (142,92±10)
V (CI-Po)	BaTiO <sub>3</sub> @polyester	inconnue	inconnue	100	102,37 / inconnue

**Tableau III.3 : Extraction directe des valeurs de capacités par point de fréquence des matériaux étudiés**

### III.2.4.2 Détermination des propriétés diélectriques en haute fréquence

La variation de la permittivité en fonction de la fréquence dans la gamme [1 GHz – 5 GHz] pour le composite de la série III (In-GC) est représentée figure III.10. Comme nous l'avons expliqué au paragraphe précédent, la réalisation de pastilles est fastidieuse pour les autres matériaux en raison de la polymérisation pour de telles épaisseurs. Ce composite présente une permittivité stable en fréquence autour de 5,72 et de faibles pertes diélectriques ( $\varepsilon'' < 0,05$ ). Ce résultat est en accord avec les valeurs mesurées en basse fréquence (figure III.9).



**Figure III.10 : Représentation de la permittivité et de la tangente de pertes de la série III (In-GC) dans la gamme de 1 GHz à 5 GHz**

Nos résultats de mesure sont comparables à ceux obtenus dans la littérature dont les taux de charges sont nettement supérieurs à celui étudié dans notre cas (voir tableau III).

Composites	Taux de charges	Fréquence	$\varepsilon_r$ et $\tan (\delta)$	Références
B <sub>0,55</sub> S <sub>0,45</sub> T/PPS	30% wt	1 GHz	4,82 et 0,0012	Tao07
B <sub>0,55</sub> S <sub>0,45</sub> T/ER140	58% wt	100 MHz	5,9 et 0,002	Tei11
BT@PPFOMA	70,70% wt	100 kHz	7,4 et 0,01	Zha13
BaTiO <sub>3</sub> /Polyester	27% wt	1 GHz	5,75 et 0,03	M. Wade

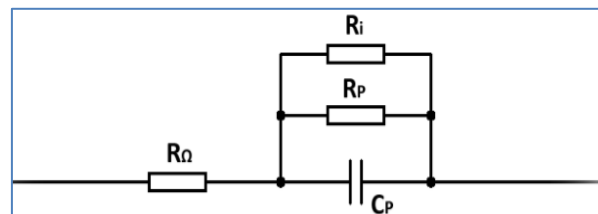
**Tableau III.4 : Valeurs permittivité et pertes diélectriques dans la littérature**

### III.3 Mesures de courant de fuite

Dans ce paragraphe, nous allons évaluer la valeur du courant de fuite des composants des séries III (In-GC) et IV (In-Po). La mesure du courant de fuite permet d'effectuer une analyse

qualitative des matériaux composites. En effet le composite peut présenter des impuretés qui sa qualité.

L'analyse du modèle électrique intrinsèque du condensateur montre que la qualité du composite dépend de la résistance interne  $R_i$  et de la résistance  $R_p$  due aux pertes dans le diélectrique. Le condensateur se décharge d'autant plus vite que  $R_i$  est petite.



**Figure III.11 : Modèle équivalent intrinsèque d'un condensateur**

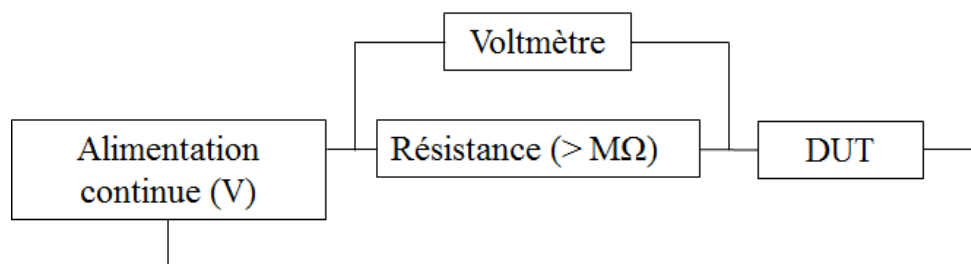
$C$  : condensateur idéal

$R_Ω$ : correspond à la résistance ( $Ω$ ) due aux armatures et aux connexions.

$R_i$  : correspond à la résistance d'isolement ( $Ω$ ).

$R_p$ : représente la résistance ( $Ω$ ) due aux pertes dans le diélectrique

Le schéma III.12 illustre le principe de mesure de courant de fuite.  $R_i$  du condensateur étant de forte valeur, le condensateur est connecté en série avec une résistance de forte valeur afin de détecter le courant de fuite.



**Figure III.12 : Principe de mesure de courant de fuite**

L'objectif est ici de déterminer l'influence de la structure cœur@écorce (série IV) par rapport à un composite classique (série III) composé des mêmes éléments: particules de  $BaTiO_3$  commerciales (100 nm) à 27% et polyester. L'épaisseur des composites déposés est sensiblement similaire :  $55 \pm 5 \mu m$  pour le composite de la série III (In-GC) et  $60 \pm 5 \mu m$  pour celui de la série IV (In-Po).



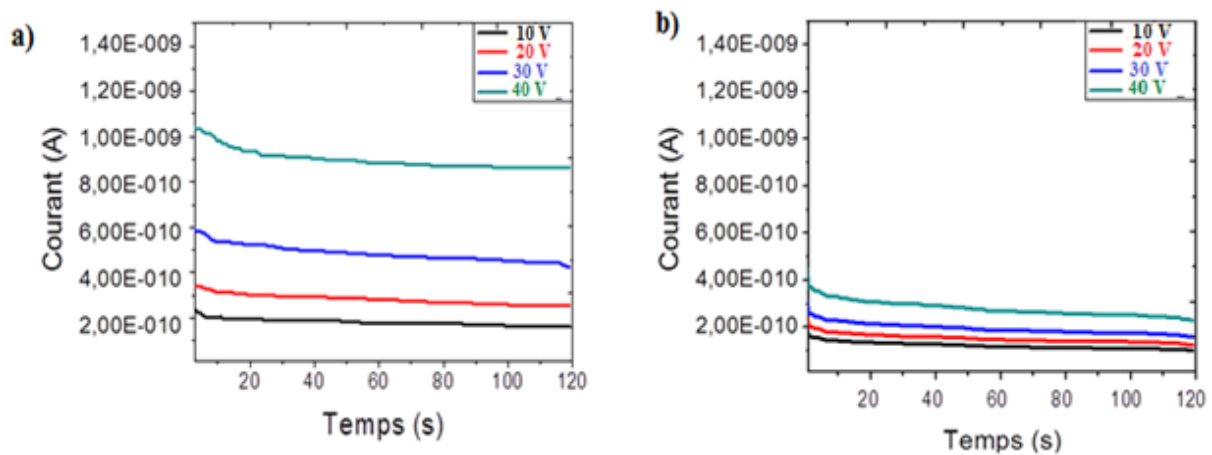
Pour rappel on considère les matériaux suivants :

Série fab	Nature du composite	Taille des particules (nm)	Fractions massiques (%)	Epaisseur (μm)
III (In-GC)	BaTiO <sub>3</sub> /polyester	100	27	55±5
IV (In-Po)	BaTiO <sub>3</sub> @polyester	100	27	60±5

**Tableau III.5 : Description des matériaux étudiés**

Les mesures sont effectuées à 25°C, à l'aide d'un picoampèremètre Keithley 487 dont la source de tension peut aller jusqu'à 500 V et le courant maximal mesuré 2 mA. Le courant de fuite est mesuré pour quatre valeurs de tension : 10V, 20V, 30V et 40V. Les mesures sont effectuées toutes les 120 secondes, ce qui permet au courant de se stabiliser.

Les figures III.13.a et III.13.b représentent respectivement la variation du courant de fuite en fonction du temps pour a) un matériau de la série III (In-GC) et b) un de la série IV(In-Po).



**Figure III.13 : Mesures de courant de fuite des séries a) III (In-GC) et b) IV(In-Po)**

La valeur du courant de fuite pour un condensateur réalisé à partir d'un diélectrique de la série III (In-GC) est comprise entre  $3,3 \cdot 10^{-10}$  A pour une tension de 10V et  $1,09 \cdot 10^{-9}$  A pour 40V, alors que pour le condensateur à base du matériau de la série IV(In-Po) le courant de fuite n'excède pas  $3,73 \cdot 10^{-10}$  A pour une tension de 40V. A 10V, un courant de  $1,61 \cdot 10^{-10}$  A est mesuré. Cela représente un courant de fuite plus faible avec la structure cœur@écorce ce qui constitue donc un avantage.

### III.4 Mesures Piézoélectriques

#### III.4.1 Définition

Les particules inorganiques utilisées dans les composites sont ferroélectriques et donc également piézoélectriques. La piézoélectricité est la propriété que possèdent certains matériaux de se polariser électriquement sous l'action d'une contrainte mécanique et réciproquement à se déformer lorsqu'un champ électrique leur est appliqué. Les composites étudiés sont amenés à être enterrés à l'intérieur de PCB organiques souples. L'apparition d'une tension aux bornes du condensateur suite à une flexion du substrat (effet direct) ou la déformation du diélectrique sous application d'une tension (effet indirect) auraient pour conséquence de modifier la valeur de la capacité du condensateur et donc de parasiter le signal à transmettre. C'est pourquoi l'évaluation de la piézoélectricité des composites est primordiale. Nous allons en particulier nous intéresser aux composites de la série I (G-GC) pour les concentrations massiques extrêmes 27 et 60% de  $\text{BaTiO}_3$  dans la gamme de [1- 4] MHz. Nous avons choisi d'étudier les matériaux de cette série d'une part, car ils présentent des propriétés diélectriques stables en fréquence et d'autre part, la quantité de matériaux fournis est suffisante pour effectuer plusieurs tests.

La figure III.14 permet d'illustrer les effets piézoélectriques.

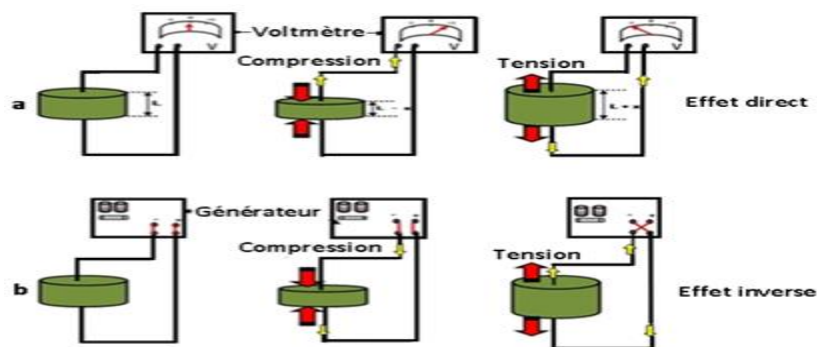


Figure III.14 : Illustration des effets piézoélectriques d'un matériau en céramique : [Lou13]  
a) effet direct et b) effet inverse

Dans le cadre de notre étude, nous appliquons une tension électrique ce qui correspond à l'effet inverse. C'est donc la déformation mécanique (si elle existe) que nous allons mesurer. Nous effectuons un balayage en fréquence dans la gamme [0,1 MHz – 4,2 MHz] afin de cibler la plage de fréquence où d'éventuels pics de résonance, traduisant un comportement

piézoélectrique, seraient présents. La gamme de fréquence [0,1 MHz – 4,2 MHz] est fonction de l'épaisseur du condensateur étudié [Bec96], [Kri06] et [Ser14].

### III.4.2 Présentation du banc de mesure piézoélectrique

La figure III.15 présente le banc de mesure piézoélectrique de l'IMS. L'une des voies de l'oscilloscope (voie X) mesure le signal fourni par le GBF, tandis que la seconde (voie Y) mesure le signal aux bornes du composant via le module de polarisation qui est alimenté par une tension continue (Vpol). L'oscilloscope numérique (Yokogawa) ainsi que le GBF (Agilent 33250A) sont tous deux connectés à un ordinateur via un port GPIB. Nous apercevons qu'une mesure de 0,2 MHz à 4,2 MHz dure 40min quel que soit le mode d'acquisition (avec ou sans moyennage des mesures). Une mesure RMS (valeur efficace) de la tension avec un moyennage sur 4 points est donnée par l'oscilloscope.

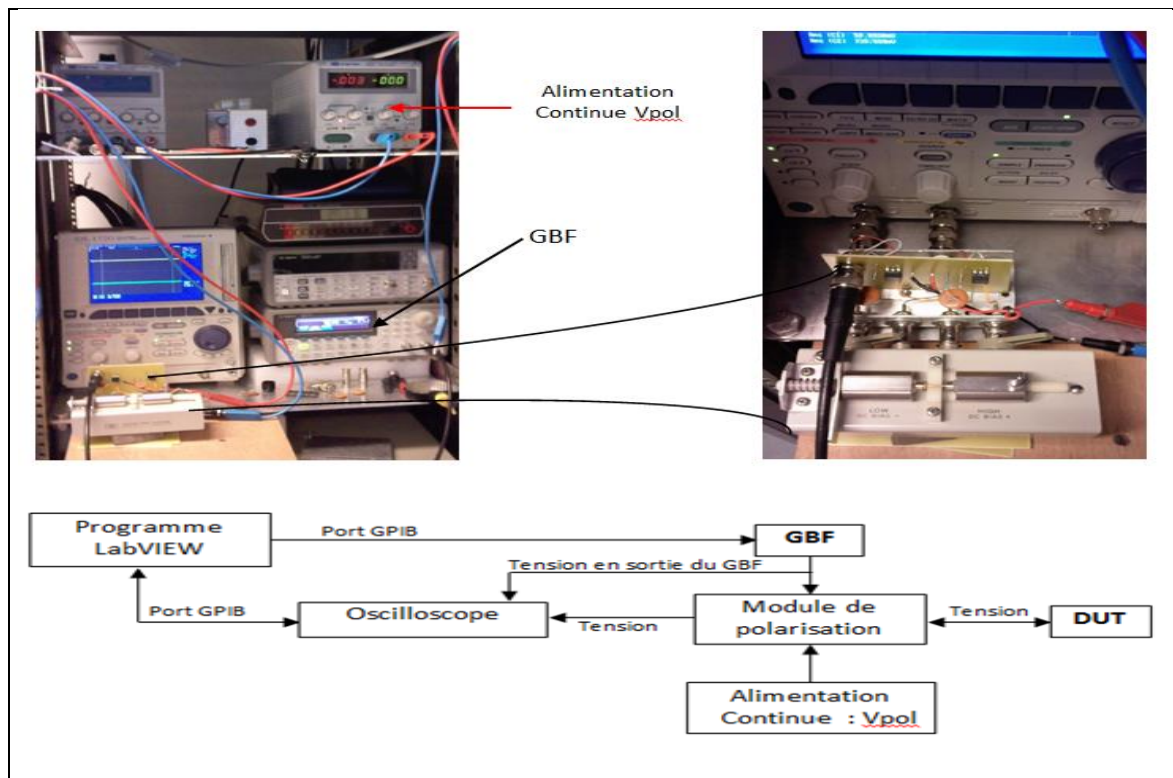
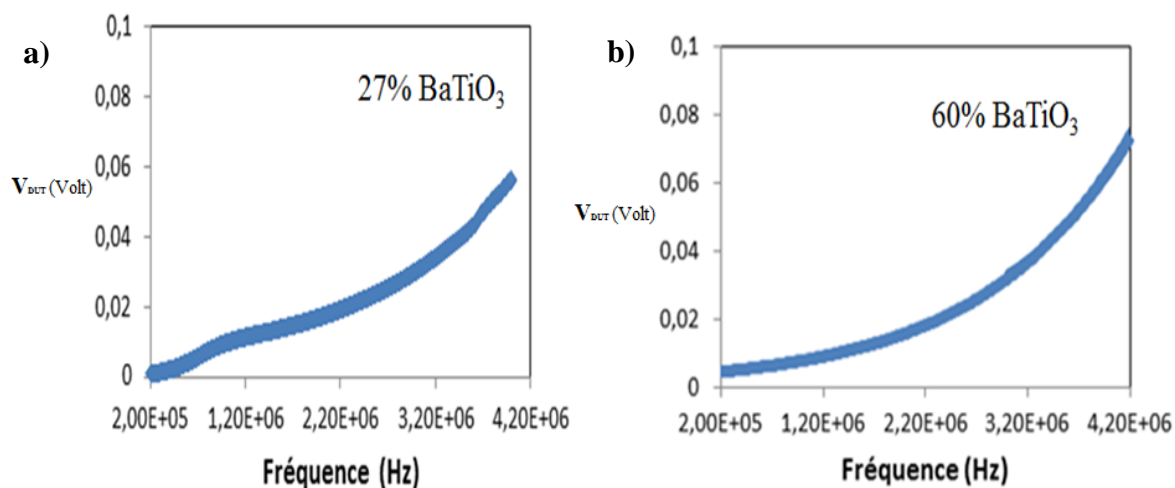


Figure III.15 : Banc de mesure piézoélectrique

### III.4.3 Résultats des mesures piézoélectriques

Les figures III.16.a et III.16.b représentent les mesures piézoélectriques pour les taux de charges massiques respectives de 27 et 60% dans la gamme de [0,1 MHz – 4,2 MHz]. La tension de polarisation appliquée est de 100 Volts.



**Figure III.16 : Mesure piézoélectrique pour les concentrations massiques de 27 et 60% de BaTiO<sub>3</sub>**

Comme nous l'avons précisé ci-dessus, l'observation de signature piézoélectrique se traduit par l'apparition de pics de résonance ou d'anti résonance. Or, dans notre cas, les résultats obtenus ne présentent pas ces effets. L'effet piézoélectrique dans un matériau composite céramique/polymère tel que le nôtre (BaTiO<sub>3</sub>/polyester) est essentiellement dû au BaTiO<sub>3</sub>. Nous pensons que les taux de charge de BaTiO<sub>3</sub> étudiés sont relativement faibles pour induire un effet piézoélectrique dans le matériau composite global. Cela constitue un avantage, car ces composites devant être enterrés à l'intérieur des substrats souples doivent être compatibles avec ces derniers.

### III.5 Conclusion

Des caractérisations électriques effectuées sur l'ensemble des matériaux composites étudiés ont été réalisées :

- La spectroscopie d'impédance à basse fréquence [10 kHz - 10 MHz] a permis d'extraire les valeurs de permittivité et de pertes diélectriques. Ainsi, la structure cœur@écorce de la série IV (cœur inorganique de BaTiO<sub>3</sub> enrobé d'une écorce organique de polyester hyper-ramifiée sur laquelle sont greffées des fonctions chimiques méthacrylates assurant les liaisons avec les autres particules) présente les valeurs de permittivité les plus élevées ( $\epsilon' = 9,69$ ) et donc des capacités supérieures ( $C = 155$  pF) à 10 kHz pour des épaisseurs de diélectrique sensiblement identiques ( $e \approx 55 \mu\text{m}$ ) et une charge massique de 27 % de BaTiO<sub>3</sub>. Cependant, cette structure présente des valeurs de pertes diélectriques ( $\text{Tan}\delta = 0,2$ ) plus élevées. En outre, la série I (G-GC\_1) dont les particules de BaTiO<sub>3</sub> sont synthétisées

par le laboratoire ICMCB présente une bonne stabilité en fréquence mais également de plus faibles pertes. Nous verrons dans le chapitre IV que la stabilité en fréquence présente un intérêt pour les applications des condensateurs en haute fréquence.

- Ensuite, la valeur du courant de fuite des composants des séries III (In-GC) et IV (In-Po) a été évaluée. Ces derniers présentent un courant de fuite plus faible avec le cœur@écorce (série IV (In-Po)) par rapport à celui du mélange mécanique (série III (In-GC)). La structure cœur@écorce permettant de diminuer la formation des agrégats qui peuvent apparaître lors de la phase de dispersion permet ainsi de réduire les problèmes fuites dans le matériau composite.

Compte tenu des valeurs de permittivité honorables, du faible courant de fuite et du caractère non piézo des matériaux étudiés, il est tout à fait envisageable de les utiliser comme diélectriques pour des condensateurs enterrés.

Ces travaux ont permis d'établir le protocole de fabrication établi dans le chapitre II. Par la suite, à partir des gammes de composants étudiés, deux seront sélectionnées pour être « enterrées » dans le circuit imprimé. Ceci fera l'objet du quatrième chapitre.

Enfin ces travaux ont fait l'objet d'une présentation journée de l'école doctorale [Wad13]<sup>1</sup>, d'une conférence nationale JNRDM [Wad13]<sup>2</sup> et internationale HYMA [Wad15].

## **CHAPITRE IV : ETUDE DE CONDENSATEURS ENTERRES**



## Chapitre IV : Etude de condensateurs enterrés

### IV.1 Introduction

Le chapitre précédent nous a permis d'étudier les caractéristiques électriques de condensateurs plans isolés, réalisés à partir de matériaux hybrides céramique/polymère. L'objectif de cette dernière partie des travaux est l'intégration de tels condensateurs à l'intérieur de carte de circuits imprimés (PCB) et l'étude de leur comportement fréquentiel en vue d'une utilisation pour des applications en CEM. Pour cela des mesures et des simulations sont menées en parallèle et conduisent à l'élaboration de premières règles de conception.

Dans la première partie de ce chapitre, nous présentons les outils de simulations utilisés, les notions préliminaires nécessaires à la caractérisation fréquentielle (lignes micro-ruban, paramètres S et les techniques de de-embedding) ainsi que le banc de mesure.

Dans la seconde partie, nous nous intéressons à l'évolution des caractéristiques du condensateur lors de son intégration dans le PCB. Nous abordons l'étude fréquentielle du condensateur plan simple, puis du condensateur semi-enterré, pour terminer par des structures totalement enterrées. Plus précisément deux structures enterrées sont réalisées : la première est montée en parallèle et la seconde en série. A l'issue de l'étude menée au chapitre précédent, deux séries d'échantillons sont sélectionnés pour l'étude des structures enterrées. La première série présente une permittivité relative stable en fréquence alors que la seconde varie avec la fréquence.

Enfin, la dernière partie de l'étude aborde l'influence des vias de connexion et de la géométrie des électrodes du condensateur sur la fréquence de résonance du dispositif.

### IV.2 Présentation des logiciels de simulation (ADS, Momentum et HFSS)

Nous utilisons principalement trois logiciels de simulation tout au long de l'étude dont nous effectuons une présentation succincte dans les paragraphes suivants. Ces trois outils de simulation sont :

- ADS (Advanced Design System) développé par Agilent qui est un logiciel de simulation de circuit électronique adapté aux hyperfréquences,



- Momentum, également développé par Agilent, qui permet de réaliser des simulations électromagnétiques 2.5D pour des circuits planaires,
- HFSS (High Frequency Structure Simulator) développé par Ansoft, qui est un logiciel de simulation électromagnétique 3D de structures complexes.

#### ***IV.2.1 ADS-Momentum***

Le logiciel ADS (Advanced Design System) permet de simuler tous les systèmes radiofréquences et micro-ondes, du composant au système électronique complet grâce à des bibliothèques de composants actifs et passifs, mais aussi des bibliothèques d'équations mathématiques [Ads14]. Dans le cadre de ce travail, les simulations électriques réalisées à l'aide du logiciel ADS sont effectuées en analyse fréquentielle. Les résultats de simulation obtenus seront stockés sous forme de matrices Z, Y ou S.

Le logiciel Momentum est un outil de simulation électromagnétique (EM) 2.5D qui permet le calcul des paramètres  $S_{ij}$  de structures planaires par résolution des équations de Maxwell par la méthode des moments [Mom13]. Ce simulateur EM est disponible dans le logiciel ADS. Après avoir représenté le circuit en 2D ou généré automatiquement le layout à partir du schéma électrique (ADS), le maillage est réalisé à l'aide d'éléments rectangulaires et/ou triangulaires. Chaque cellule élémentaire, associée à un courant et une charge, est décrite par un circuit équivalent. La réponse du circuit à un stimulus permet de générer ses matrices S, Y et Z. L'avantage de ce logiciel est la facilité avec laquelle on peut représenter les structures planaires. Ainsi dans le cadre de ce travail, toutes les simulations EM effectuées sur les condensateurs plans, sont réalisées avec le simulateur Momentum.

#### ***IV.2.2 HFSS***

Le logiciel HFSS développé par Ansoft est un outil de simulation électromagnétique 3D. Il est basé sur la méthode des éléments finis (FEM) à deux et trois dimensions dans le domaine fréquentiel. HFSS est un outil très puissant et très utilisé pour la caractérisation et la CAO (Conception Assistée par Ordinateur) de composants, de circuits et de modules hyperfréquences complexes planaires ou volumiques (interconnexions, antennes, composants RF, micro-ondes et packaging....). Les structures sous HFSS sont maillées à l'aide de tétraèdres et le simulateur calcule les champs électriques (E) et magnétiques (H) qui se propagent à l'intérieur. Généralement, les solveurs du logiciel HFSS s'appuient sur un

processus automatisé où il suffit de préciser la géométrie, les propriétés des matériaux et la sortie souhaitée (signal d'alimentation). A partir de là, HFSS génère automatiquement le maillage adapté, précis, le plus approprié pour traiter le problème en résolvant les équations de Maxwell [Ans13]. Les résultats de simulation peuvent être stockés sous forme de matrices Z, Y ou S. Les simulations sous HFSS sont généralement plus longues que dans le cas du simulateur Momentum à cause de la complexité et du nombre de nœuds des circuits 3D.

Hormis la simulation EM sur le condensateur plan, toutes les simulations EM effectuées sur les structures semi-enterrées et enterrées sont réalisées à l'aide du simulateur HFSS.

### IV.3 Notions préliminaires – Rappels

#### IV.3.1 Lignes micro-ruban

La ligne micro-ruban est très utilisée dans les dispositifs microondes compte tenu de sa simplicité, de sa facilité de fabrication et d'intégration. Elle permet de guider la propagation d'une onde électromagnétique tout en limitant ses pertes. Une ligne micro-ruban se compose d'un substrat de permittivité relative  $\epsilon_r$  et d'épaisseur  $h$  métallisé sur une face par un plan de masse et comportant sur l'autre face une ligne métallique appelée ruban (de largeur  $w$ , de longueur  $l$  et d'épaisseur  $t$ ). La ligne micro-ruban peut être réalisée à base de plusieurs types de substrat selon la fréquence d'étude souhaitée. Parmi ces substrats, nous pouvons citer les matériaux commercialisés par Rogers corporation, Nelco, Arlon, ou encore Taconic. La valeur standard de la permittivité relative de ces substrats peut aller jusqu'à 10 ( $\epsilon_r$  (RO3010) = 10,2 et  $\tan(\delta) = 0,0035$  à 10 GHz) et  $\epsilon_r$  (RT6010 Duroid) = 10,2 et  $\tan(\delta) = 0,0023$  à 10 GHz).

Dans le cadre de ce travail, les lignes micro-ruban étudiées sont à base de substrats :

Substrats	$\epsilon_r$	$\tan(\delta)$	Fréquence
FR4-Epoxy	4,5	0,016	1 GHz
RO4003	3,38	0,0017	10 GHz
RO4403	3,17	0,0027	10 GHz

Tableau IV.1 : Caractéristiques électriques des substrats [Rog]

La figure IV.1 présente la structure d'une ligne micro-ruban. Dans une ligne micro-ruban, la propagation du champ électromagnétique s'effectue dans le diélectrique, bien qu'une faible portion se propage dans l'air, au-dessus du substrat. Le champ dans une ligne micro-ruban n'est pas un champ TEM pur mais constitue une onde TM-TE hybride. Cependant, dans les applications microondes, l'épaisseur du substrat diélectrique est généralement très fine ( $h \ll \lambda$ ), et le champ peut alors être considéré comme quasi-TEM [Poz05].

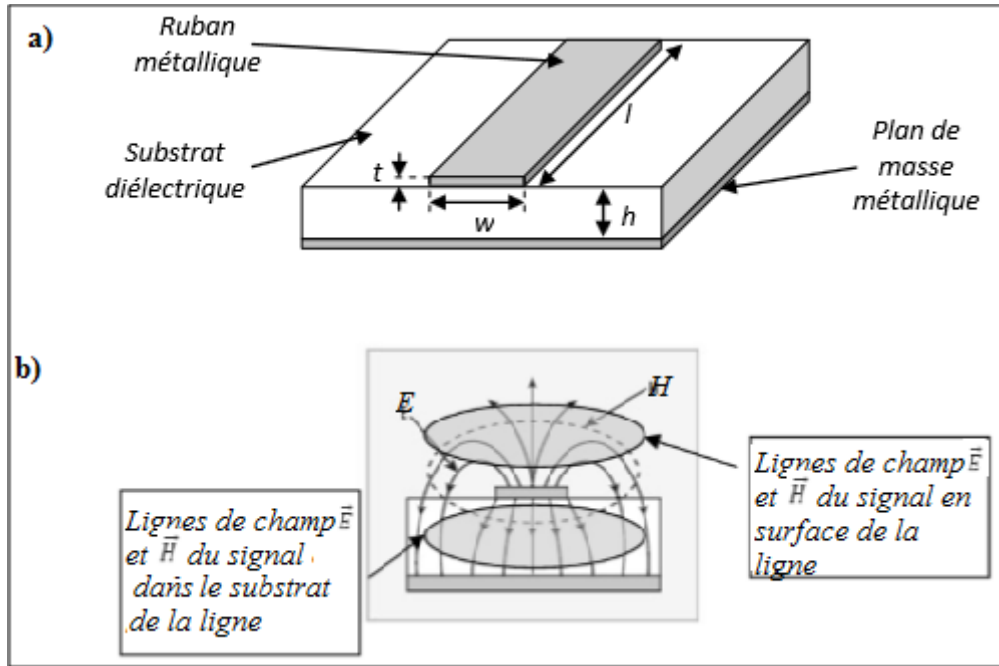


Figure IV.1 : a) Structure d'une ligne micro-ruban ; b) Lignes de champ lorsqu'un signal haute fréquence se propage dans une ligne micro-ruban

En supposant un mode de propagation quasi-TEM de la ligne micro-ruban, la vitesse de phase  $v_p$  est donnée par :

$$v_p = \frac{c}{\sqrt{\epsilon_{eff}}} \quad (IV.1)$$

où  $c$  représente la célérité de la lumière (i.e,  $3.10^8$  m/s) et  $\epsilon_{eff}$  la permittivité effective de la ligne micro-ruban.

Le calcul de la permittivité effective dépend du rapport  $w/h$  [Bah03] :

$$w/h \geq 1: \quad \varepsilon_{eff} = \frac{1}{2}(\varepsilon_r + 1) + \frac{1}{2}(\varepsilon_r - 1)\left(1 + 12\frac{h}{w}\right)^{-\frac{1}{2}} \quad (\text{IV.2})$$

$$w/h \leq 1: \quad \varepsilon_{eff} = \frac{1}{2}(\varepsilon_r + 1) + \frac{1}{2}(\varepsilon_r - 1)\left[\left(1 + 12\frac{h}{w}\right)^{-\frac{1}{2}} + 0,041\left(1 - \frac{w}{h}\right)^2\right] \quad (\text{IV.3})$$

La longueur d'onde s'exprime alors :

$$\lambda_{eff} = \frac{c}{f\sqrt{\varepsilon_{eff}}} \quad (\text{IV.4})$$

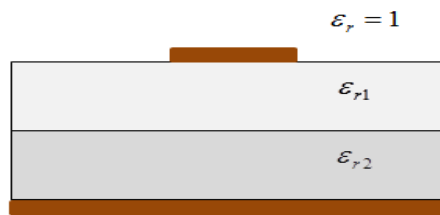
avec  $f$  la fréquence du signal.

L'impédance caractéristique d'une ligne micro-ruban peut être introduite à partir des relations suivantes : [Co96]

$$w/h \geq 1: \quad Z_0 = \frac{120\pi}{2\pi\sqrt{\varepsilon_{eff}}} \left\{ \frac{w}{h} + 1,393 + 0,667 \ln\left(\frac{w}{h} + 1,444\right) \right\}^{-1} \quad (\text{IV.5})$$

$$w/h \leq 1: \quad Z_0 = \frac{120\pi}{\sqrt{\varepsilon_{eff}}} \ln\left(\frac{8h}{w} + 0,25\frac{w}{h}\right) \quad (\text{IV.6})$$

Dans le cadre de ce travail, la ligne micro-ruban multicouche présentée dans la figure IV.2 est utilisée. Les propriétés diélectriques des différents substrats assemblés sont similaires. Ainsi, les formules caractérisant une ligne micro-ruban dans le cas d'une simple couche présentées dans le paragraphe précédent restent valables et sont donc utilisées pour l'étude.



**Figure IV.2 : Structure une ligne micro-ruban multicouche**

Toutes les lignes micro-ruban présentées dans ce travail ont été conçues pour être adaptées à 50 Ohms. Pour ce faire, nous avons utilisé l'outil Linecalc, une bibliothèque se trouvant dans le logiciel ADS et qui repose sur les différentes relations exposées précédemment.

### IV.3.2 Paramètres S

Aux fréquences microondes, on ne peut pas mesurer les grandeurs conventionnelles que sont les tensions et les courants  $V$  et  $I$ . Seules les ondes de puissance incidentes  $a$ , réfléchies  $b$  ou les rapports  $b/a$  sont accessibles par la mesure.

Ces ondes de puissance sont définies par rapport à une impédance de référence (impédance de normalisation) qui est généralement l'impédance caractéristique réelle  $Z_0$  des lignes ou câbles de connexion. C'est également l'impédance interne des appareils de mesure. Dans le domaine des microondes, l'impédance caractéristique  $Z_0$  fréquemment choisie est égale à  $50 \Omega$ .

Soit un quadripôle  $Q$  représenté comme suit :



Figure IV.3 : Quadripôle avec ces accès

Les expressions de Kurokawa [Kur95] permettent de définir en régime sinusoïdal et pour une fréquence donnée, la relation des ondes de puissance en fonction des tensions et des courants:

$$a_i = \frac{V_i + Z_0 \cdot I_i}{2\sqrt{Z_0}} \quad b_i = \frac{V_i - Z_0 \cdot I_i}{2\sqrt{Z_0}} \quad (\text{IV.11})$$

où:

$a_i$  est l'onde incidente à l'accès " $i$ "

$b_i$  est l'onde réfléchie à l'accès " $i$ "

$Z_0$  est l'impédance de caractéristique au port " $i$ "

Ainsi à une fréquence  $f_0$  donnée le quadripôle peut être représenté de la manière suivante :

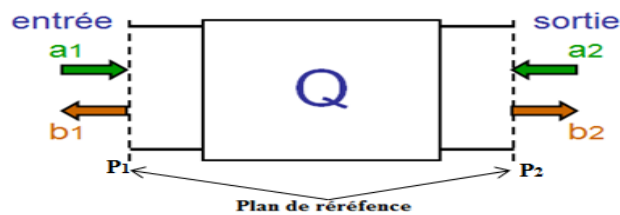


Figure IV.4 : Quadripôle avec ses accès

$P_1$  et  $P_2$  représentent les plans de référence pour les mesures respectives de l'accès 1 et de l'accès 2.

De plus le quadripôle linéaire ci-dessus est décrit par une simple relation matricielle liant les ondes réfléchies aux ondes incidentes selon l'expression suivante :

$$\begin{cases} b_1 = S_{11} a_1 + S_{12} a_2 \\ b_2 = S_{21} a_1 + S_{22} a_2 \end{cases} \longrightarrow \begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} \cdot \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} \quad (\text{IV.12})$$

Avec

$$S_{11} = \left. \frac{b_1}{a_1} \right|_{a_2=0} \quad \text{Coefficient de réflexion en entrée lorsque l'accès 2 est adapté}$$

$$S_{21} = \left. \frac{b_2}{a_1} \right|_{a_2=0} \quad \text{Coefficient de transmission entrée-sortie lorsque l'accès 2 est adapté}$$

$$S_{12} = \left. \frac{b_1}{a_2} \right|_{a_1=0} \quad \text{Coefficient de transmission sortie-entrée lorsque l'accès 1 est adapté}$$

$$S_{22} = \left. \frac{b_2}{a_2} \right|_{a_1=0} \quad \text{Coefficient de réflexion en sortie lorsque l'accès 1 est adapté}$$

**Remarque :** On entend par accès adapté, un accès fermé sur une charge  $Z_0$  qui est l'impédance caractéristique (ou de normalisation).

### IV.3.3 Matrices de chaîne

De par sa définition, la matrice  $S$  n'est pas chaînable. Pour résoudre ce problème, on introduit une nouvelle matrice, appelée matrice de transmission ou de transfert  $T$ , définie par la relation suivante :

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ a_1 \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} T_{11} & T_{12} \\ T_{21} & T_{22} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} a_2 \\ b_2 \end{pmatrix} \quad (\text{IV.13})$$

$a_1$ , l'onde entrante dans le premier quadripôle est liée à l'onde sortante du second quadripôle

tandis que  $b_2$ , l'onde sortante du premier quadripôle est liée à l'onde entrante dans le second quadripôle (figure IV.5).

Lorsque plusieurs quadripôles  $Q_1, Q_2, \dots, Q_n$ , sont reliés, comme représenté à la figure IV.5, il est possible d'écrire [Mav96] :

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ a_1 \end{pmatrix} = [T_1] [T_2] \dots [T_n] \cdot \begin{pmatrix} a_2 \\ b_2 \end{pmatrix} \quad (\text{IV.14})$$

$[T_1]$ ,  $[T_2]$  et  $[T_n]$  représentent respectivement les matrices relatives aux quadripôles  $Q_1, Q_2, \dots$ , et,  $Q_n$ .

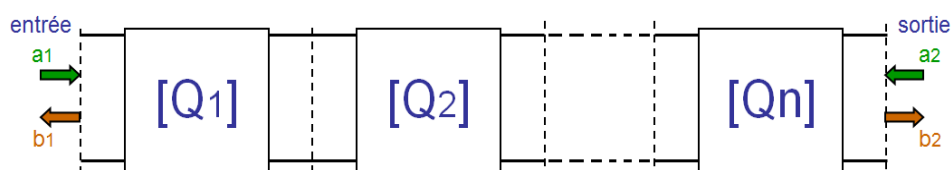


Figure IV.5 : Associations de quadripôles en cascade

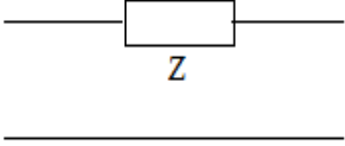
**Remarque :** L'ordre des matrices est important.

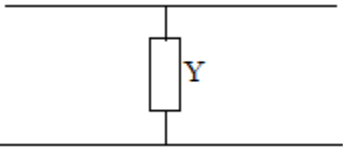
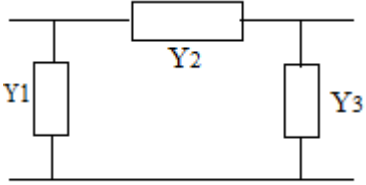
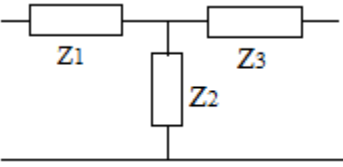
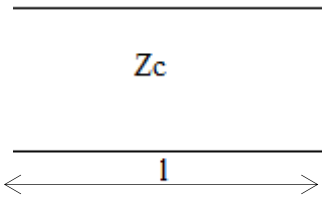
Dans le cadre de notre étude, nous utilisons l'expression (IV.14) pour extraire la matrice des quadripôles en cascade.

#### IV.3.4 Représentation matricielle de quelques quadripôles usuels

Le tableau IV.2 donne la matrice chaîne (aussi nommée matrice A B C D) pour une impédance série, une impédance parallèle (admittance), un circuit en T et en  $\pi$  ainsi que pour un tronçon de ligne qui sont calculées à l'aide des lois de Kirchhoff [Gup81].

$Z_c$  correspond à l'impédance caractéristique de la ligne

Représentation matricielle de quelques quadripôles fondamentaux	
Type de quadripôle	Matrice ABCD
a) Impédance série 	$\begin{bmatrix} 1 & Z \\ 0 & 1 \end{bmatrix}$

b) Impédance parallèle (Admittance) 	$\begin{bmatrix} 1 & 0 \\ Y & 1 \end{bmatrix}$
c) Réseau en $\pi$ 	$\begin{bmatrix} 1 + \frac{Y_3}{Y_2} & \frac{1}{Y_2} \\ Y_1 + Y_3 + \frac{Y_1 Y_3}{Y_2} & 1 + \frac{Y_1}{Y_2} \end{bmatrix}$
d) Réseau en T 	$\begin{bmatrix} 1 + \frac{Z_1}{Z_2} & Z_1 + Z_3 + \frac{Z_1 Z_3}{Z_2} \\ \frac{1}{Z_2} & 1 + \frac{Z_3}{Z_2} \end{bmatrix}$
e) Ligne de longueur $l$ 	$\begin{bmatrix} ch(\gamma l) & Z_c sh(\gamma l) \\ \frac{1}{Z_c} sh(\gamma l) & ch(\gamma l) \end{bmatrix}$

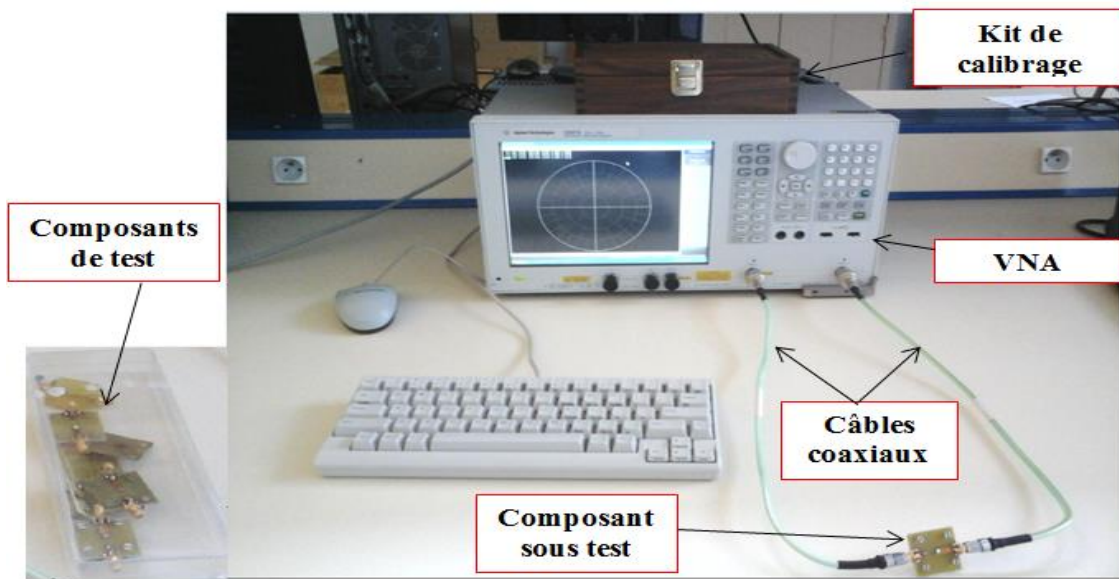
**Tableau IV.2 : Matrices ABCD des quadripôles fondamentaux**

#### IV.4 Banc de mesures

Toutes les mesures hautes fréquences sont effectuées au laboratoire IMS. Les composants enterrés sont fabriqués au sein du département GEII (Génie Electrique et Informatique Industrielle) de l'Université de Bordeaux à partir des condensateurs plans réalisés selon le procédé décrit au chapitre précédent.

La figure IV.6 présente le banc de mesure composé d'un analyseur de réseaux vectoriel (VNA) E5061B de Agilent Technologies fonctionnant dans la gamme [5Hz - 3GHz], de câbles coaxiaux, et des cartes de test.





**Figure IV.6 : Banc de mesure**

Nous poursuivons par une présentation succincte de l'analyseur de réseaux vectoriel puis de la technique de calibration utilisée.

#### ***IV.4.1 Analyseur de réseaux vectoriel***

L'analyseur de réseau vectoriel est le principal appareil de mesures en hyperfréquence. Il permet de mesurer les paramètres  $[S]$  en module et en phase d'un dipôle ou d'un quadripôle actif ou passif.

Les mesures s'effectuent relativement à des plans de références d'entrée et de sortie du quadripôle que l'on teste.

Par ailleurs l'utilisation de l'analyseur de réseaux vectoriel nécessite au préalable un calibrage pour corriger ou prendre en compte les imperfections provenant l'appareil et de la connectique. Le principe du calibrage est d'obtenir un système d'équations exprimant les paramètres  $S$  relatifs uniquement au dispositif sous test en fonction des paramètres  $S$  mesurés. Pour cela, nous utilisons la méthode SOLT (Short : court-circuit, Open : circuit ouvert, Load : charge  $50\Omega$  et Thru : ligne).

La figure IV.7 décrit le schéma électrique des différents standards utilisés dans le calibrage SOLT.

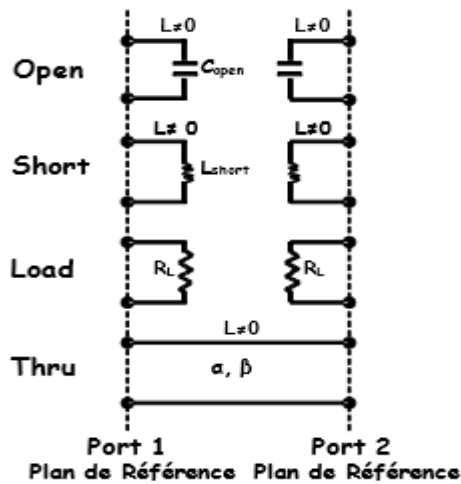


Figure IV.7 : Schéma électrique des standards utilisés dans la SOLT

Où :

- $C_{open}$  représente la valeur capacitive de la structure Open,
- $L_{short}$  correspond à la valeur inductive de la structure Short,
- $R_L$  est la valeur résistive de la structure Load,
- $\alpha$  et  $\beta$  sont les parties réelles et imaginaires de la constante de propagation du Thru.

Des mesures sont effectuées d'abord sur chacun des standards de calibration, puis les valeurs trouvées sont mémorisées et permettent de remonter aux valeurs vraies.

#### IV.4.2 Techniques de de-embedding

Le de-embedding consiste à ramener le plan de référence des mesures le plus près possible du composant à mesurer, dans notre cas le condensateur enterré, afin d'extraire ses paramètres intrinsèques. En effet, les lignes d'accès peuvent réduire les performances électriques du dispositif sous test créant une désadaptation en entrée ou en sortie en ajoutant des pertes. Ces effets sont d'autant plus critiques que la fréquence augmente. Deux méthodes de de-embedding sont utilisées dans le cadre de ce travail. La première méthode est basée sur la technique dite open-short (circuit ouvert - court-circuit) et la seconde, sur l'association de quadripôle en cascade à l'aide des matrices T.

#### IV.4.2.1 Méthode open-short

La figure IV.6 présente la technique de de-embedding utilisant la méthode open-short permettant l'extraction des paramètres électriques. Cette technique sera particulièrement utilisée pour extraire l'impédance du condensateur enterré monté en série.

La première étape consiste à déterminer les matrices des éléments du circuit (Open ou Circuit ouvert, Short ou court-circuit et DUT (Device Under Test) ou dispositif de test.

Dans un deuxième temps, on effectue la conversion des différentes matrices S en matrices Z. En considérant la différence entre les matrices Z du DUT et du Short, les parasites série selfiques et résistifs provenant des accès au dispositif sont supprimés : on obtient ainsi une matrice Z (DUT-short). Parallèlement la différence entre les matrices Z open et short est effectuée en vue de supprimer les parasites parallèles ce qui conduit à la matrice Z (Open-short). Puis, les matrices Z obtenues sont converties en matrices Y. La différence des matrices Y permet alors de supprimer les parasites parallèle capacitifs et d'extraire les paramètres électriques du DUT- [Ray08], [Yen09], [Yau07] et [Bla07]. L'ensemble de la procédure est synthétisée sur la figure IV.8.

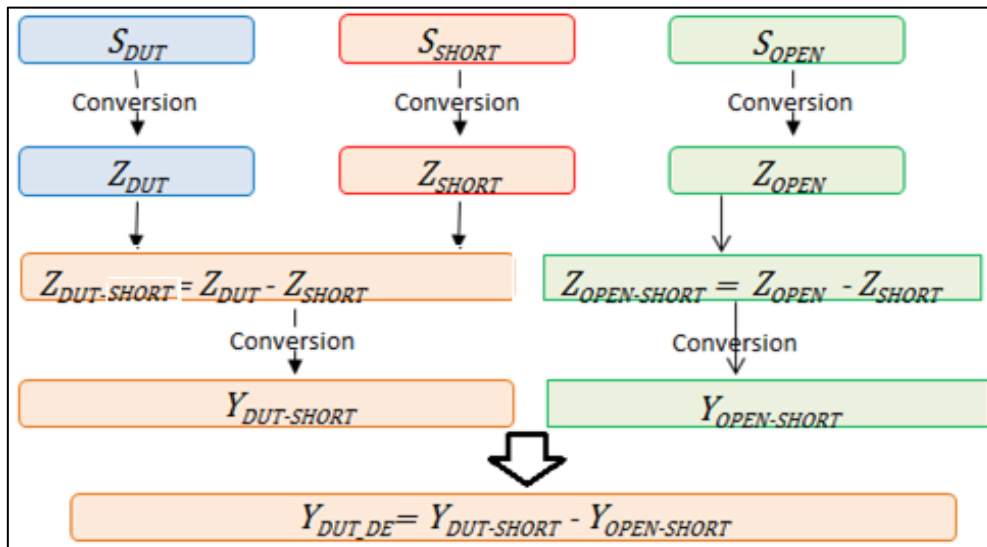


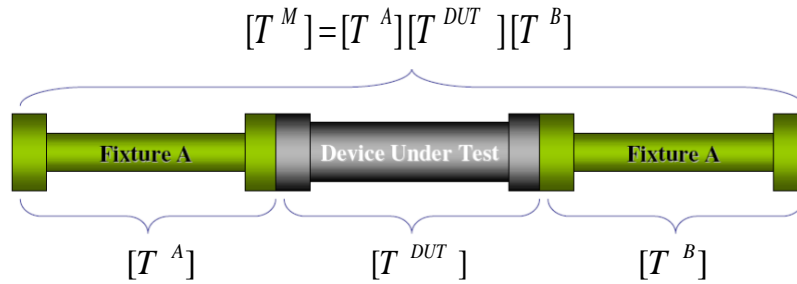
Figure IV.8 : Technique de de-embedding pour l'extraction des paramètres électriques du DUT

On peut ainsi par les relations de passage classiques déterminer les différentes matrices caractéristiques (impédance, dispersion, chaîne) du dispositif.

#### IV.4.2.2 Méthode par association de quadripôles

Tout comme la technique de de-embedding open-short, la technique de de-embedding par association de quadripôles en cascade à l'aide des matrices T nécessite au préalable de connaître les paramètres S de chaque élément.

La figure IV.9 présente l'approche classique de de-embedding utilisée avec l'association de quadripôles en cascade utilisant les matrices T [Mav96].



**Figure IV.9 : Technique de de-embedding à l'aide les matrices T**

Cette approche utilise les données mesurées à partir de la structure de test globale et de chaque élément de la structure tels que les connectiques (lignes de transmission dans notre cas) à partir du plan de mesure.

A partir de l'équation (IV.15), la matrice du DUT peut être obtenue lorsque les matrices  $T^A$  et  $T^B$  sont connues.

$$[T^{DUT}] = [T^A][T^M][T^B] \quad (IV.15)$$

La matrice  $T^{DUT}$  est ensuite convertie en matrice S à l'aide de l'expression (IV.16). Ensuite, selon le type de configuration du circuit à étudier (série ou parallèle), les paramètres électriques intrinsèques peuvent être extraits à partir de la transformation de la matrice S en matrice ABCD (tableau IV.2).

$$[S] = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{T_{12}}{T_{22}} & \frac{T_{11}T_{22} - T_{12}T_{21}}{T_{22}} \\ \frac{1}{T_{22}} & -\frac{T_{21}}{T_{22}} \end{bmatrix} \quad (IV.16)$$

## IV.5 Etude fréquentielle du condensateur plan et semi-enterré

Dans une première étape, nous considérons la structure simple du condensateur plan et l'influence de son intégration partielle dans le PCB. Dans les deux cas, les résultats sont obtenus par simulation EM. Les simulations EM du condensateur plan et celui semi-enterré sont effectuées respectivement sous Momentum et HFSS.

### IV.5.1 Condensateur plan

Dans un premier temps, nous utilisons les résultats de mesure obtenus dans la thèse de W. Benhadjala afin de valider le modèle EM du condensateur plan.

La figure IV.10 présente la première configuration du condensateur plan étudié. Elle est constituée de deux armatures conductrices (appelées électrodes), séparées par un diélectrique.

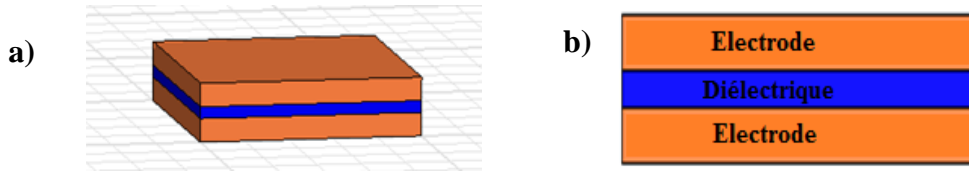


Figure IV.10 : a) Schéma du condensateur plan ; b) Vue en coupe

La valeur théorique de la capacité du condensateur se calcule à l'aide de la formule suivante :

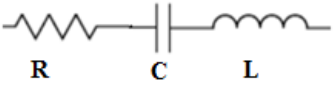
$$C = \frac{\epsilon_r \epsilon_0 S}{e} \quad (\text{IV.17})$$

Dans cette formule,  $\epsilon_r$  et  $\epsilon_0$  représentent respectivement la permittivité relative du diélectrique et la permittivité du vide,  $e$  est l'épaisseur de la couche diélectrique ( $e = 40\mu\text{m}$ ) et  $S$  est la surface des électrodes du condensateur plan ( $S = (1 \times 1)\text{cm}^2$ ). A partir de ces différentes données, la valeur théorique de la capacité du condensateur est de 110 pF

La simplicité du condensateur plan permet d'utiliser le simulateur électromagnétique 2.5D (Momentum) basé sur la méthode des moments. Comme nous l'avons présenté dans le paragraphe IV.2.1, les résultats de simulation du condensateur plan sont obtenus sous forme de paramètres S. Ceux-ci permettent d'obtenir l'impédance  $Z$  du condensateur étudié à partir de la formule (IV.18), où  $Z_0$  est l'impédance caractéristique du port d'excitation.

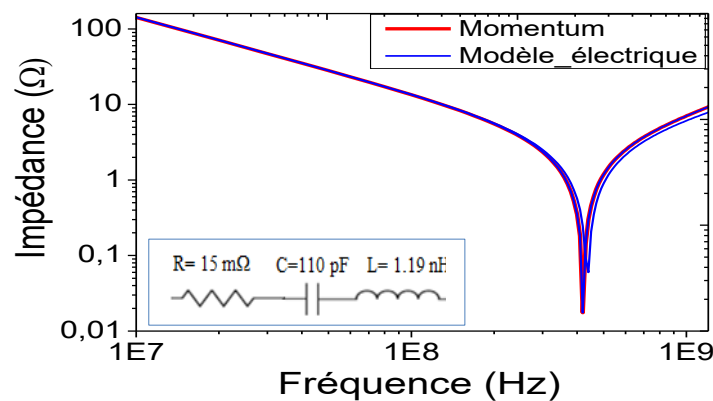
$$Z = Z_0 \frac{1 + S_{\text{reflexion}}}{1 - S_{\text{reflexion}}} \quad (\text{IV.18})$$

La résistance R, la capacité C et l'inductance L, qui constituent l'impédance du circuit équivalent du condensateur réel sont déterminées à partir du module de l'impédance Z (équation IV.19).

a)  b) 
$$Z = R + \frac{1}{jCw} + jLw \quad (\text{IV.19})$$

**Figure IV.11 : a) Modèle électrique équivalent du condensateur plan ; b) impédance du condensateur**

La figure IV.12 montre la variation de l'impédance du condensateur en fonction de la fréquence dans la gamme [10 MHz à 1,2 GHz] calculée à l'aide du logiciel Momentum et du modèle analytique électrique précédent.



**Figure IV.12 : Variation de l'impédance en fonction de la fréquence dans la gamme [10MHz à 1.2GHz]**

Le condensateur plan présente une résonance à 440 MHz.

Le condensateur a un comportement capacitif en dessous de la fréquence de résonance. La valeur de la capacité peut être obtenue à partir de l'équation (IV.20).

Pour une fréquence donnée, on relève  $|Z|$  et il vient :

$$C = \frac{1}{|Z|w} \quad (\text{IV.20})$$

A la fréquence de résonance, le comportement devient purement résistif, on a :

$$Z=R \quad (IV.21)$$

Au-delà de la fréquence de résonance  $f_r$ , la structure se comporte comme une inductance qui peut être calculée à l'aide de la formule ci-dessous :

$$L = \frac{1}{(2\pi f_r)^2 C} \quad (IV.22)$$

Ces formules permettent d'obtenir les valeurs des composants du modèle équivalent du condensateur.

Pour les valeurs rassemblées dans le Tableau (IV.3), on a :

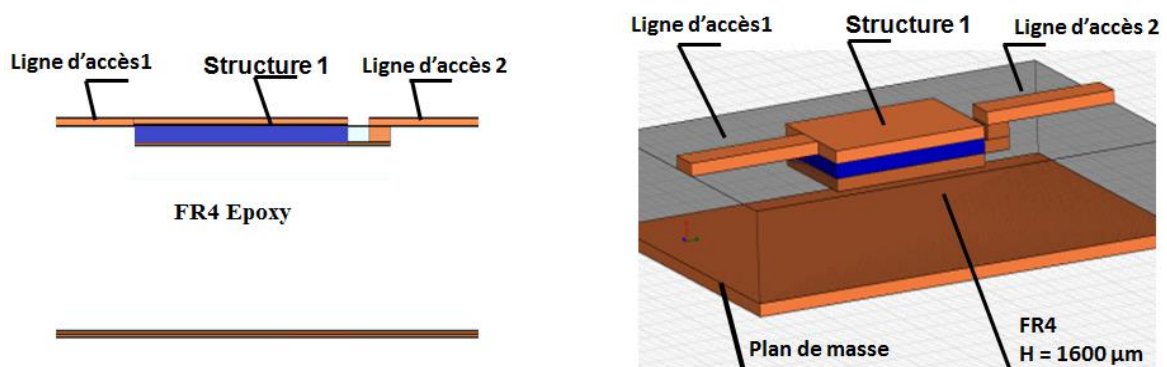
Capacité	Résistance	Inductance
<b>110 pF</b>	15 mΩ	1,19 nH

**Tableau IV.3 : Valeurs théoriques du condensateur plan**

#### IV.5.2 Condensateur semi-enterré

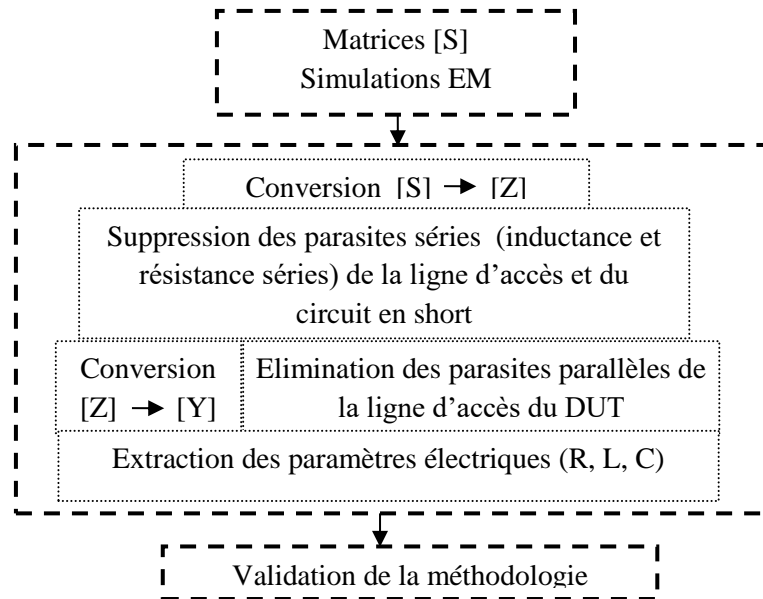
Le but étant de comprendre l'effet de l'intégration du condensateur à l'intérieur du PCB, on procède par étape et on considère dans un premier temps un condensateur semi-enterré dans un substrat qui est un matériau de type FR4.

La figure IV.13 représente cette deuxième structure étudiée. Elle est constituée d'un condensateur plan de mêmes caractéristiques que celui décrit précédemment. Dans la structure semi-enterrée, l'une des électrodes se trouve à la surface du PCB tandis que la seconde ainsi que le diélectrique sont à l'intérieur du PCB.



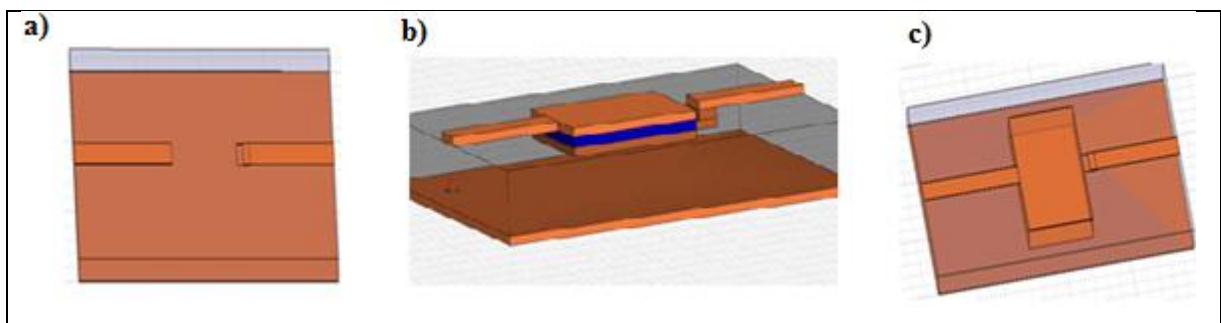
**Figure IV.13 : Représentation du condensateur semi-enterré**

Nous effectuons tout d'abord la simulation de cette deuxième structure à l'aide du simulateur EM HFSS, en considérant l'influence des connexions mais aussi des ports d'accès. Ensuite pour remonter aux paramètres électriques du condensateur seul, on procède par extraction à l'aide de la méthode de de-embedding open-short présentée dans la figure IV.14 et détaillée dans le paragraphe IV.4. Pour ce faire, deux modèles électromagnétiques sont réalisés, l'un permettant d'avoir un court-circuit et le second un circuit ouvert. .



**Figure IV.14 : Méthode de de-embedding pour l'extraction de paramètres électriques du DUT (Device Under Test)**

La figure IV.15 présente les structures de de-embedding considérées pour supprimer les influences parasites introduites par les accès du condensateur.

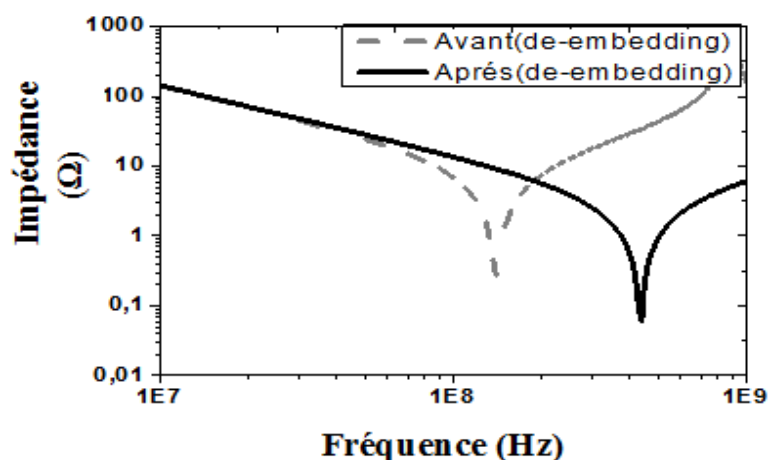


**Figure IV.15 : Structures de de-embedding ; (a) circuit ouvert, b) structure de test et c) court-circuit**

La figure IV.16 montre les résultats de simulation avant et après de-embedding dans la gamme de fréquence [10 MHz - 1,2 GHz]. En basse fréquence, les résultats sont identiques. Cependant en haute fréquence, on note une différence de 30% sur la valeur de la fréquence de

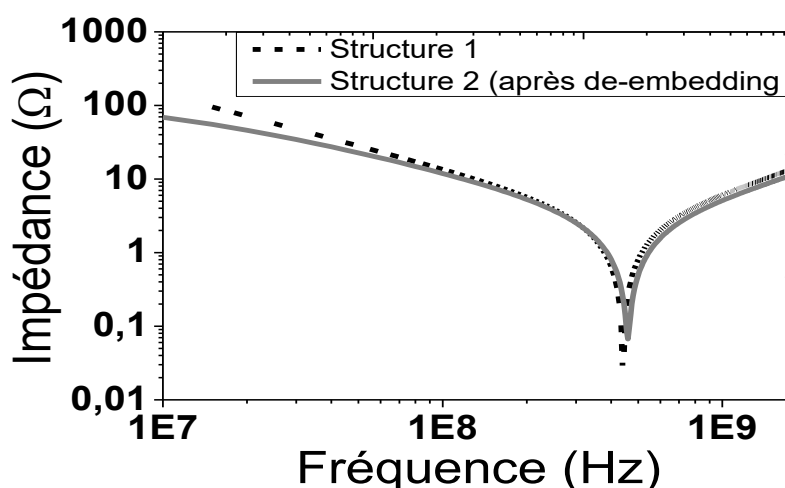


résonance observée avant et après de-embedding. Cette différence traduit l'influence des phénomènes inductifs et résistifs provenant des lignes d'accès.



**Figure IV.16 : Comparaison des résultats de simulation de la structure semi-enterrée avant et après de-embedding dans la gamme [10MHz à 1.2GHz]**

La comparaison des résultats de simulation des deux structures, condensateur isolé (structure 1) et condensateur semi-enterré (structure 2) après de-embedding, est présentée dans la figure IV.17. La bonne concordance des résultats permet de valider la méthode de de-embedding proposée et le code de calcul associé.



**Figure IV.17 : Comparaison des résultats de simulation sous Momentum et HFSS [10MHz à 1.2GHz]**

Par ailleurs les résultats obtenus ainsi par simulation sont très proches de ceux obtenus en mesure pour un condensateur plan identique avec une fréquence de résonance égale à environ 440 MHz [Ben13]. Ainsi le modèle réalisé sous HFSS est validé.

### IV.5.3 Conclusion partielle

Cette étude a permis de valider la méthode de de-embedding utilisée ainsi que le modèle électromagnétique construit [Wad13]<sup>1,2</sup>. Par ailleurs la simulation électromagnétique du condensateur seul puis semi-enterré a permis de comprendre l'effet de l'intégration dans un PCB en faisant apparaître une diminution de 30% de la fréquence de résonance due aux impédances rajoutées par les pistes d'accès.

Après avoir étudié le condensateur seul, puis semi-enterré, nous allons nous intéresser par la suite à l'étude du condensateur intégralement enterré dans le PCB.

## IV.6 Structures enterrées

Dans le cas présent, les condensateurs enterrés considérés dans ce paragraphe sont ceux étudiés dans les chapitres 2 et 3.

### IV.6.1 Présentation des structures de test du condensateur enterré

#### IV.6.1.1 Configuration parallèle

La figure IV.18 correspond au condensateur enterré en configuration parallèle. Cette structure comprend deux lignes d'accès qui sont symétriques par rapport au condensateur (noté DUT) lui-même.

Le condensateur choisi lors de cette étude a une surface de  $(1 \times 1) \text{ cm}^2$ , l'épaisseur des électrodes est de  $70 \text{ } \mu\text{m}$  et celle du diélectrique est d'environ  $50 \text{ } \mu\text{m}$ . Le substrat utilisé est un matériau standard commercial de type FR4-Epoxy. La surface globale de la structure de test est de  $(3 \times 3) \text{ cm}^2$ .

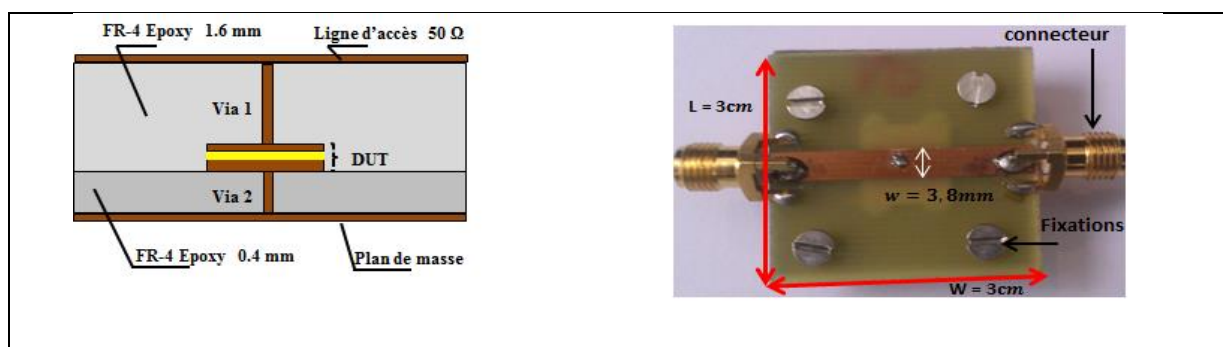


Figure IV.18 : Structure du condensateur enterré en configuration parallèle

#### IV.6.1.2 Configuration série

Une deuxième configuration est étudiée : il s'agit du même condensateur enterré étudié précédemment en configuration série cette fois comme le montre la figure IV.19. Les longueurs des accès 1, 2 et 3 sont respectivement 1,5, 0,2 et 0,8 cm de façon à obtenir une surface globale identique à la configuration parallèle ( $3 \times 3$ ) cm<sup>2</sup>.

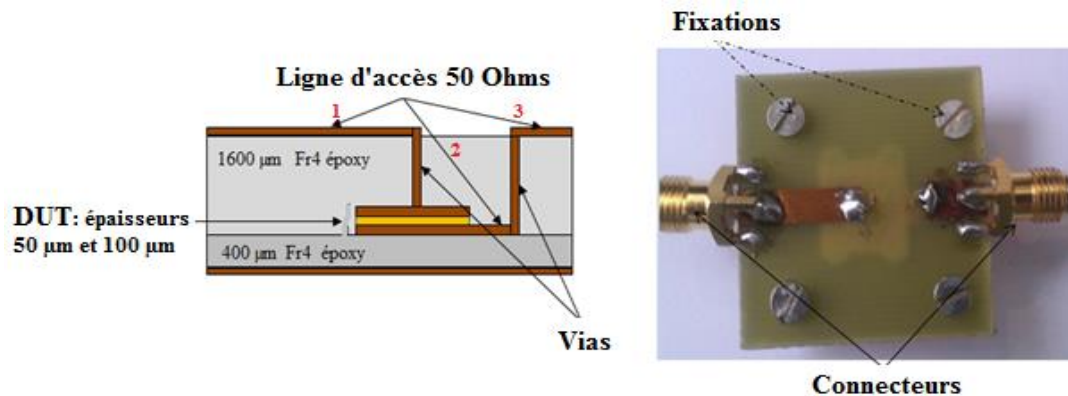


Figure IV.19 : Structures du condensateur enterré en configuration série

#### IV.6.1.3 Kit de de-embedding

En vue de prendre en compte les effets parasites introduits par les accès menant au condensateur enterré, des kits de de-embedding sont conçus par simulation et fabriqués.

Pour la structure parallèle, il s'agit d'une ligne micro-ruban.

La longueur de la ligne micro-ruban (figure IV.20) est 1,5 cm. Celle-ci correspond à la moitié de la longueur des lignes d'accès du condensateur enterré. Enfin, les impédances caractéristiques des accès de la structure de test et de la ligne micro-ruban sont adaptées à 50  $\Omega$ .

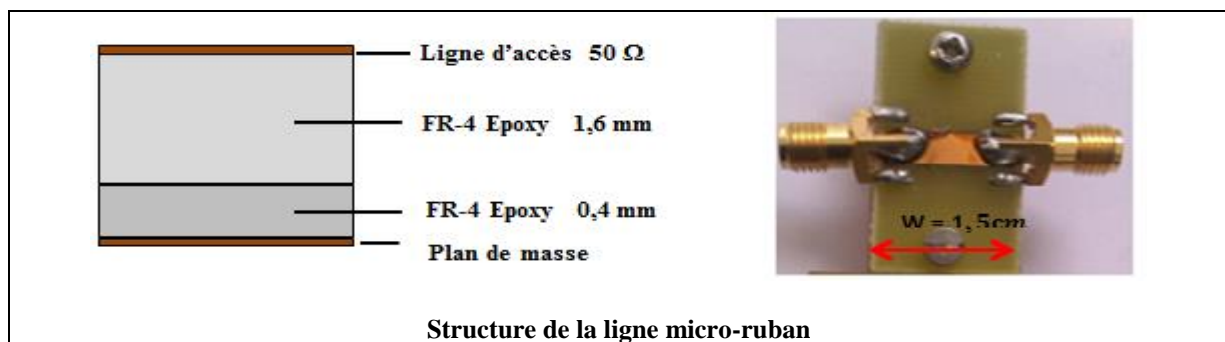


Figure IV.20 : Structures de test pour la caractérisation de condensateur enterré monté en parallèle

Pour la structure série, on utilise la méthode de de-embedding open-short présentée précédemment afin de supprimer les influences parasites provenant des lignes d'accès et des vias de connexion. La figure IV.21 présente les structures de de-embedding réalisées.

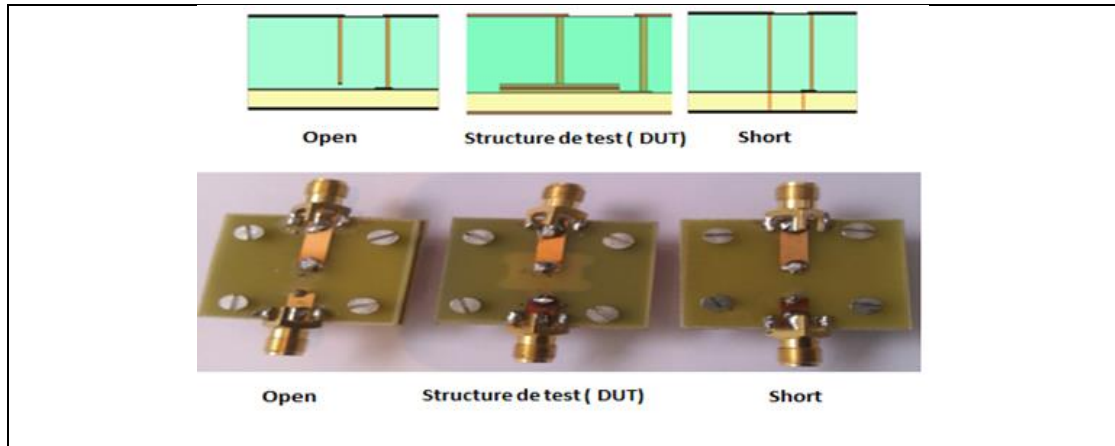


Figure IV.21 : Structures de de-embedding

#### ***IV.6.2 Méthodologie d'étude***

Pour étudier les structures ainsi définies, un protocole de test est établi selon la démarche suivante.

##### ***Première étape***

La première étape consiste à caractériser le condensateur plan seul. Cette étape est détaillée dans le chapitre 3. Le condensateur est caractérisé dans la bande de fréquence de 100 kHz à 10 MHz. Les propriétés diélectriques (permittivité relative et pertes diélectriques) du condensateur sont extraites à partir de la mesure de l'impédance et de la phase.

##### ***Deuxième étape***

Dans la deuxième étape, le condensateur est enfoui entre les couches du PCB. Puisque la permittivité relative du condensateur étudié est stable en fréquence (cas de la série I (G-GC\_1), alors nous introduisons une valeur constante de permittivité relative dans le simulateur HFSS. La structure enterrée est étudiée dans la gamme [100 kHz – 3GHz] en mesure comme en simulation EM.

### Troisième étape

Enfin pour extraire les paramètres électriques du condensateur, la méthode de de-embedding basée sur l'association de quadripôles en cascade à l'aide des matrices T est utilisée. Puis les résultats de simulations EM et de mesures sont confrontés pour enfin valider la méthode de de-embedding mais aussi le modèle EM.

La figure IV.22 présente le protocole ainsi établi.

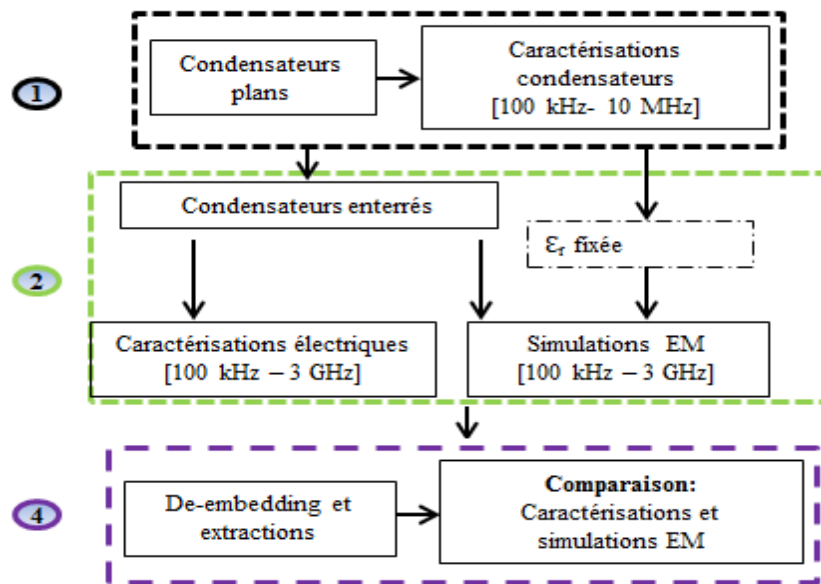


Figure IV.22 : Méthodologie pour l'étude du condensateur enterré : permittivité fixe

L'étude des matériaux diélectriques envisagés au chapitre 3 a montré que pour certains d'entre eux la permittivité relative varie fortement avec la fréquence. Dans ce cas il convient donc de prendre en compte cette variation dans le protocole de test. La méthodologie est alors modifiée selon la figure suivante.

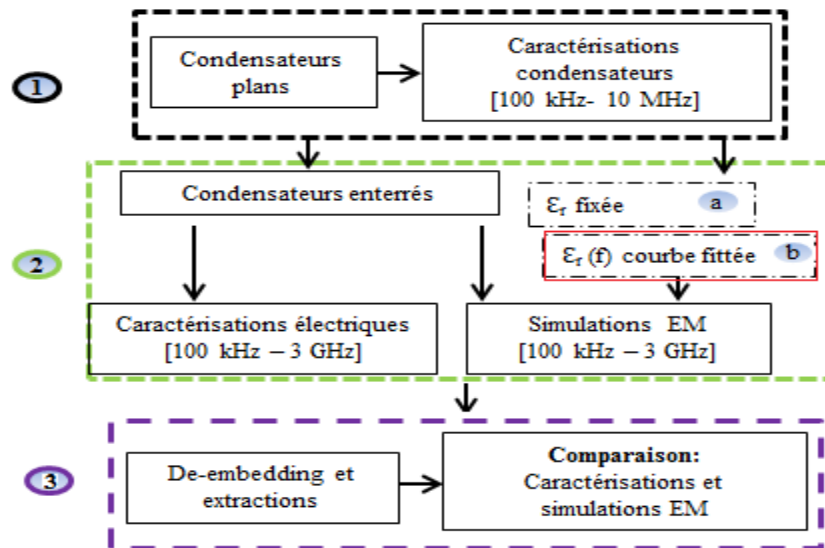


Figure IV.23 : Méthodologie pour l'étude du condensateur enterré : permittivité variable

Tout d'abord, la variation de la permittivité relative en fonction de la fréquence est extraite à partir des résultats de mesure du condensateur seul dans la gamme de fréquence 100 kHz à 10 MHz.

Ensuite, la valeur de la permittivité relative est extraite à la fréquence de résonance en utilisant la procédure suivante :

- A partir de la fréquence de résonance obtenue en simulation, la relation 22 permet de déduire la valeur de l'inductance  $L$ .
- La valeur d'inductance obtenue est alors utilisée pour calculer la valeur de la capacité connaissant la valeur mesurée de la fréquence de résonance.
- Enfin, la valeur de la permittivité relative est calculée en utilisant l'équation 18.

La valeur de  $\epsilon_r$  ainsi obtenue à la fréquence de résonance permet d'extrapoler les courbes de mesure jusqu'à 1,08 GHz.

La dépendance de la permittivité relative à la fréquence est enfin injectée dans le simulateur HFSS.

### IV.6.3 Résultats

#### IV.6.3.1 Configuration parallèle

##### a- Cas de matériau diélectrique stable en fréquence

Le condensateur enterré considéré ici est réalisé à partir de matériau hybride céramique/polymère étudié dans les chapitres 2 et 3. Ces matériaux correspondent à ceux de la série N°I G-GC\_1 ( $\text{BaTiO}_3$ /polyester) dont le  $\text{BaTiO}_3$  est synthétisé par le laboratoire ICMCB et le polyester par Gâches Chimie (chapitre 2). La particularité de ce composite est la stabilité de la permittivité relative sur une large gamme de fréquence (cf chapitre III, figure III.9).

La figure IV.24 présente les résultats de simulation et de mesure. Ces résultats montrent une concordance entre les résultats du modèle EM et ceux obtenus expérimentalement avec une différence de 11% sur la valeur de la fréquence de résonance.

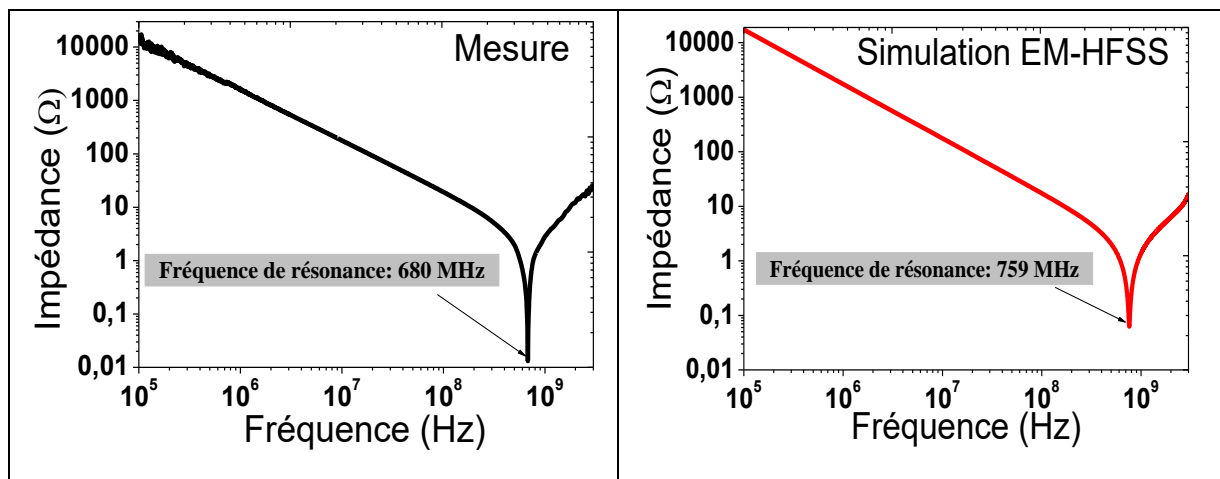


Figure IV.24 : Comparaison de résultats de mesure et simulation EM (HFSS) [100 kHz - 3 GHz]

##### b – Cas de matériau diélectrique variable en fréquence

Dans ce cas, la structure étudiée est à base de matériau hybride cœur@écorce correspondant à la série de fabrication N°IV In-Po ( $\text{BaTiO}_3$ @polyester). Malgré les nombreux avantages que présentent ces matériaux, les résultats de mesure ont montré que la permittivité relative varie fortement avec la fréquence (cf chapitre III, figure III.9) par rapport à celle des matériaux hybrides céramique/polymère de la série N°I G-GC\_1 (cf chapitre III, figure III.9). Pour cela, l'étude du condensateur enterré sera effectuée en deux étapes comme expliqué plus

haut. Dans un premier temps, la valeur de la permittivité relative du condensateur est fixe. Dans un second temps, la dépendance de la permittivité à la fréquence est prise en compte dans le simulateur HFSS.

### 1<sup>er</sup> étape : permittivité relative fixe

Lors de la mesure de l'épaisseur par microsection des condensateurs étudiés, nous obtenons des épaisseurs comprises entre 50  $\mu\text{m}$  et 100  $\mu\text{m}$ . Afin de conserver une même valeur de capacité, nous avons donc considéré deux valeurs de permittivité 4, 845 et 9, 69. Pour cela, en simulation EM nous avons étudié deux cas.

Tous les résultats présentés sont obtenus après de-embedding.

La figure IV.25 présente la variation de l'impédance en fonction de la fréquence dans la gamme [100 kHz - 3 GHz] mesurée et simulée avec deux épaisseurs différentes.

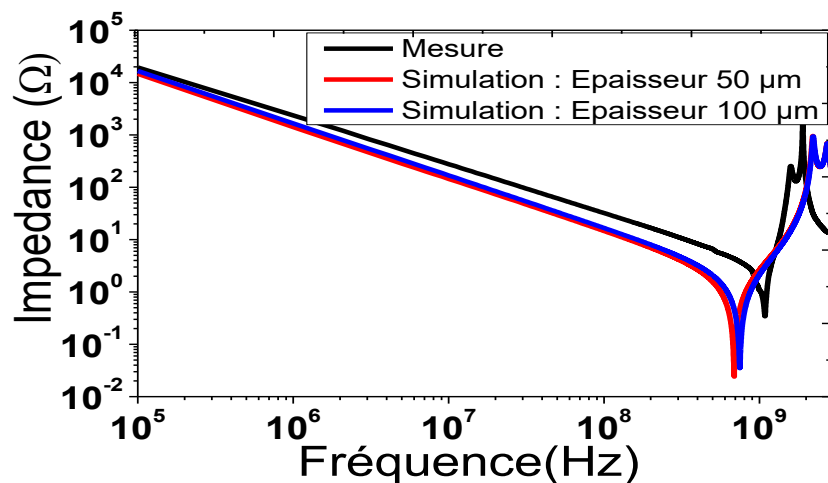


Figure IV.25 : Comparaison entre les résultats de simulations et de mesure

L'analyse des résultats de la figure IV.25 montre une bonne concordance des résultats de simulations EM pour les deux épaisseurs avec une différence de 10% sur la valeur de la fréquence de résonance. En effet, ces résultats correspondent à ceux attendus car d'après l'expression de la capacité d'un condensateur (équation IV.17), nous avons considéré un rapport épaisseur sur permittivité identique pour une surface constante d'où des résultats de simulation similaires.



Le tableau IV.4 rassemble les résultats de mesure et de simulations EM.

En comparant les résultats de mesure et de simulations, les valeurs d'impédance sont très similaires en basse fréquence, ce qui signifie que les valeurs de capacité extraites à 100 kHz sont très proches de la réalité (<0,04%).

Cependant, lorsque la fréquence augmente, la différence entre la simulation et la mesure apparaît, conduisant à un écart de 25% sur les valeurs de la fréquence de résonance soit une différence de 350 MHz. Cette différence s'explique certainement par la dépendance de la permittivité avec la fréquence que nous allons étudier dans le paragraphe suivant.

	Mesure	Simulation Epaisseur 50 $\mu\text{m}$	Simulation Epaisseur 100 $\mu\text{m}$
<b>C (pF)</b>	82	85.22	85.22
<b><math>f_r</math> (MHz)</b>	1080	688	748

Tableau IV.4 : Comparaison de résultats de mesure et de simulations EM du DUT

## 2<sup>e</sup> étape : permittivité relative dépendante de la fréquence

Pour comprendre les différences observées sur la valeur des fréquences de résonance entre mesure et simulations EM, la dépendance de la permittivité relative à la fréquence est ensuite étudiée selon la méthodologie présentée au paragraphe précédent.

La figure IV.26 représente la variation de la permittivité relative du condensateur dans la gamme [100 kHz, 1,08 GHz].

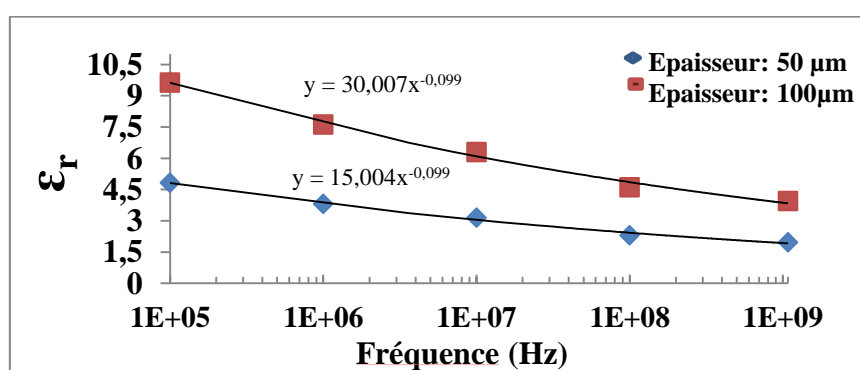


Figure IV.26 : Variation de la permittivité relative du DUT pour les épaisseurs de 50  $\mu\text{m}$  et 100  $\mu\text{m}$  dans la gamme de fréquence [100 kHz - 1,8 GHz]

Cette variation de permittivité en fonction de la fréquence peut alors être introduite dans le modèle HFSS. Cela conduit au résultat de la figure IV.27 qui représente la variation de l'impédance en fonction de la fréquence dans la gamme [100 kHz -3 GHz].

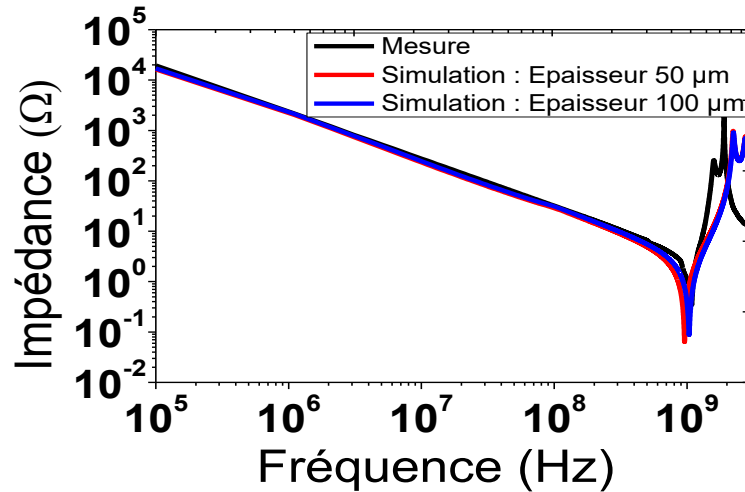


Figure IV.27 : Comparaison des résultats de mesure et de simulation EM

La prise en compte de la dépendance de la permittivité relative permet d'obtenir une meilleure concordance entre les résultats de simulations EM et de mesure avec un écart maximum d'environ 10% sur la valeur de la fréquence de résonance.

#### IV.6.3.2 Configuration série

Nous nous intéressons maintenant à la structure série. Le condensateur enterré a les mêmes propriétés géométriques et possède le même matériau diélectrique que celui étudié dans le paragraphe précédent (IV.6.3.1 paragraphe b) à savoir le (N°IV In-Po (BaTiO<sub>3</sub>@polyester), non stable en fréquence).

Dans un premier temps les mesures sur le kit de de-embedding permettent d'obtenir les paramètres S des accès menant au composant.

Les figures IV.28 et IV.29 représentent respectivement la variation des paramètres S (coefficients de réflexion et de transmission) des structures en circuit ouvert et en court-circuit. Nous pouvons remarquer que sur toute la bande de fréquence, les coefficients de transmission sont inférieurs à -30 dB, sauf pour le circuit-ouvert où la ligne commence à être

désadaptée à partir de 2 GHz. Les résultats de mesure sont plus bruités que ceux des simulations.

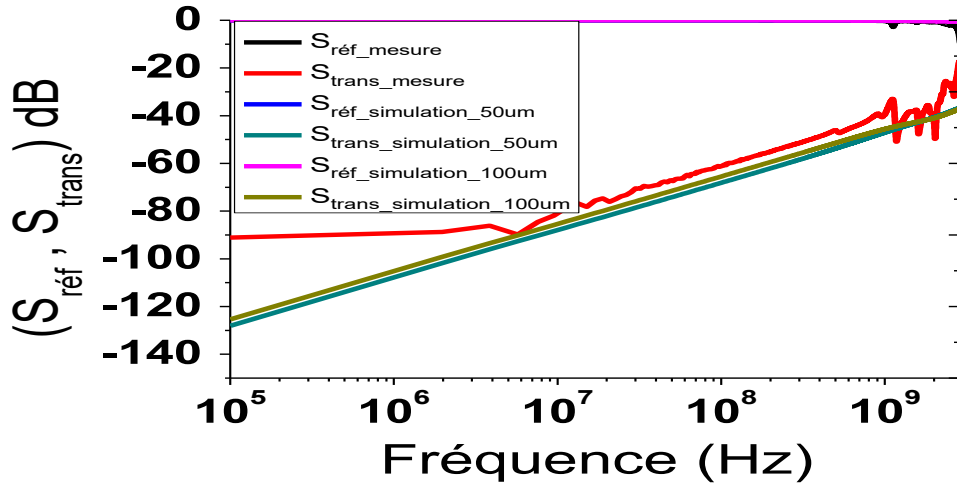


Figure IV.28 : Résultats de mesure et simulation des coefficients de réflexion et de transmission du circuit ouvert (open)

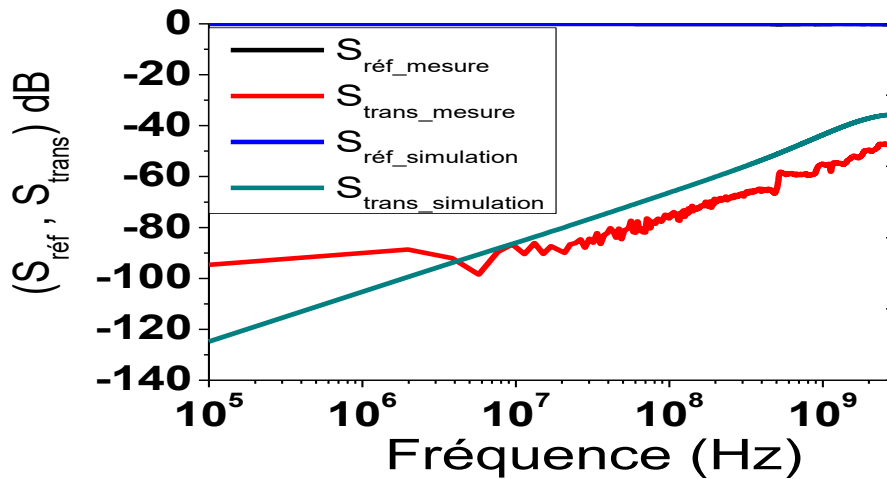


Figure IV.29 : Résultats de mesure et simulation des coefficients de réflexion et de transmission du court-circuit (short)

Ces résultats nous permettent de mettre en œuvre la technique de de-embedding open – short tant en mesure qu'en simulation pour extraire les paramètres S des structures étudiées.

A nouveau deux cas sont considérés, le premier où la valeur de la permittivité relative est fixe et le deuxième dans lequel la dépendance de la permittivité relative à la fréquence est prise en compte dans le simulateur HFSS.

### 1<sup>er</sup> cas : permittivité relative fixe

La figure IV.30 représente la variation de l'impédance en fonction de la fréquence dans la gamme [100 kHz -3 GHz].

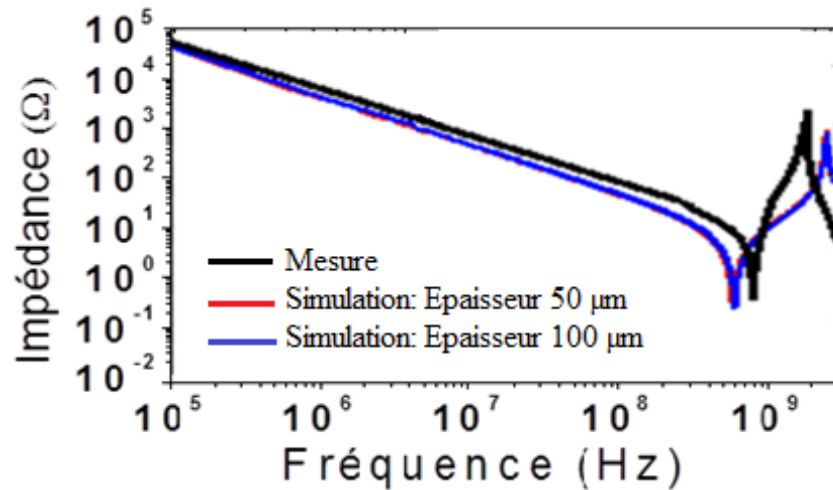


Figure IV.30 : Comparaison des résultats de mesure et de simulations EM

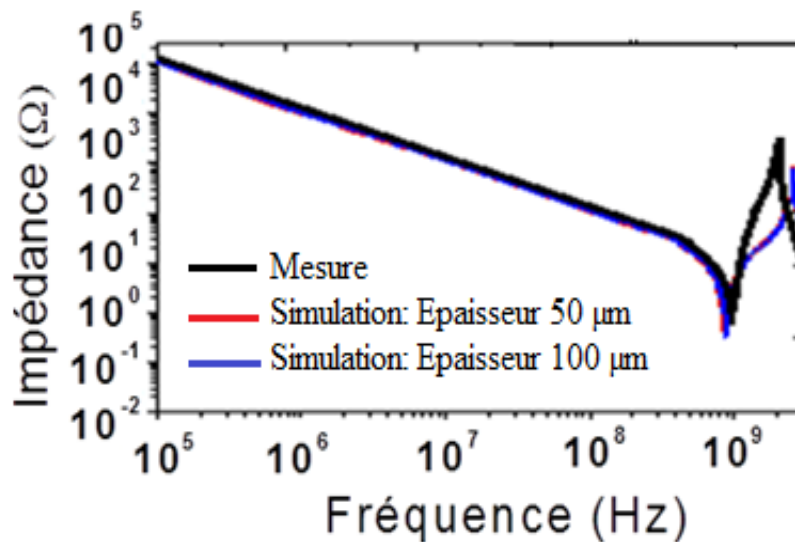
L'analyse des résultats de la figure IV.30 montre une très bonne concordance entre les résultats de simulations EM pour les deux épaisseurs considérées, 50 et 100μm, avec une différence de 8% à la fréquence de résonance.

En comparant les résultats de mesure et ceux de la simulation, la variation des impédances est assez similaire sur les basses fréquences car les valeurs de capacité extraites à 100 kHz sont très proches (cf au tableau IV.4). Cependant, lorsque la fréquence augmente, une différence considérable d'environ 30% apparaît sur les fréquences de résonance de la simulation (620 MHz) et la mesure (880 MHz).

### 2<sup>e</sup> cas : permittivité relative dépendante de la fréquence

S'agissant du même matériau que précédemment, la dépendance de la permittivité relative en fonction de la fréquence déjà déterminée (figure IV.26) est injectée dans le simulateur.

La figure IV.31 représente la variation de l'impédance en fonction de la fréquence dans la gamme [100 kHz -3 GHz].



**Figure IV. 31 : Comparaison des résultats de mesure et de simulation EM**

La prise en compte de la dépendance de la permittivité relative en fonction de la fréquence permet d'obtenir une bonne corrélation entre les résultats de simulations EM et de mesure avec une différence limitée à 9% sur la valeur de la fréquence de résonance.

#### ***IV.6.4 Conclusion sur les structures en parallèle et en série***

Nous avons étudié dans ces paragraphes le comportement du condensateur une fois enterré dans le PCB.

Dans la première partie, l'étude du condensateur enterré à base de matériau diélectrique stable en fréquence a permis d'obtenir une corrélation entre les résultats de mesure et de simulations EM.

Dans la seconde partie, nous avons étudié un condensateur enterré dont la permittivité relative varie avec la fréquence. Ainsi les premiers résultats considérant une valeur fixe de la permittivité relative, mettent en évidence une large différence entre les résultats de simulations EM et de mesure. Dès lors, la dépendance de la permittivité relative à la fréquence a été déterminée et prise en compte dans le simulateur HFSS. Finalement une bonne corrélation entre les résultats de mesure et de simulations EM est obtenue. Ceci nous a permis de valider les modèles EM des structures en parallèle et en série. Enfin la méthodologie proposée a permis de prendre en compte dépendance de la permittivité avec la fréquence [Wad14]<sup>3</sup>.

## **IV.7 Influence des vias d'interconnexion et de la géométrie des électrodes**

Après avoir étudié et validé les structures du condensateur seul, semi-enterré et enterré intégralement dans le PCB, des règles de conception ont été établies pour comprendre l'influence des vias d'interconnexion et de la géométrie du condensateur sur la fréquence de résonance du circuit global. Théoriquement, la performance des condensateurs enterrés dépend des propriétés du condensateur lui-même (son matériau diélectrique et sa géométrie) mais aussi des interconnexions. Or, pour avoir un fonctionnement très haut en fréquence, les inductances parasites doivent être aussi petites que possible. Ainsi pour augmenter la fréquence d'étude, la surface du condensateur est maintenant de  $(1 \times 1) \text{ mm}^2$  au lieu de  $(1 \times 1) \text{ cm}^2$  précédemment.

Pour ce faire, trois cas d'étude sont développés dans ce paragraphe. Dans un premier temps, nous allons étudier le comportement du condensateur enterré selon le nombre de vias connectés (1 via ensuite 2 vias) dans une gamme de fréquence plus large [10 MHz – 10 GHz] à l'aide du simulateur EM HFSS. Ensuite, à partir du modèle avec 2 vias, nous allons étudier l'influence de la géométrie des électrodes pour différentes configurations, d'une part par simulation électrique sous ADS à partir du calcul analytique de chaque élément de la structure, d'autre part par simulation EM HFSS dans la même gamme de fréquence [10 MHz – 10 GHz]. Enfin, la dernière partie consiste à étudier l'influence de la position des vias par rapport au condensateur enterré sur la fréquence de résonance de la structure globale sous HFSS. Le but de cette partie est de mettre en évidence des règles de design.

### ***IV.7.1 Description des structures simulées***

Comme le montre la figure IV.32, les deux structures enterrées ont la même configuration. La structure (a) présente un condensateur semi-enterré dont l'électrode supérieure est directement reliée à la ligne micro-ruban alors que la structure (b) est totalement enfouie dans le PCB. Les électrodes inférieures des structures des deux condensateurs sont reliées au plan de masse par l'intermédiaire du via (2). L'épaisseur des électrodes supérieures est de  $32 \text{ }\mu\text{m}$  et celle du diélectrique  $16 \text{ }\mu\text{m}$ , la permittivité relative est de 30 et les pertes diélectriques 0,019. En effet, les valeurs du condensateur correspondent au BC16T standard, matériau commercialisé par de Oak-Mitsui (cf chapitre I, tableau I.7).

Le stratifié standard de Rogers Corporation RO4003 (épaisseur 200  $\mu\text{m}$ ) et son pré-imprégné RO4403 (épaisseur 100  $\mu\text{m}$ ) sont utilisés comme substrats. Les constantes diélectriques du RO4003 et du RO4403 sont respectivement 3,38 et 3,17, avec une tangente de pertes respective 0.0027 et 0,005 à 10 GHz [Rog].

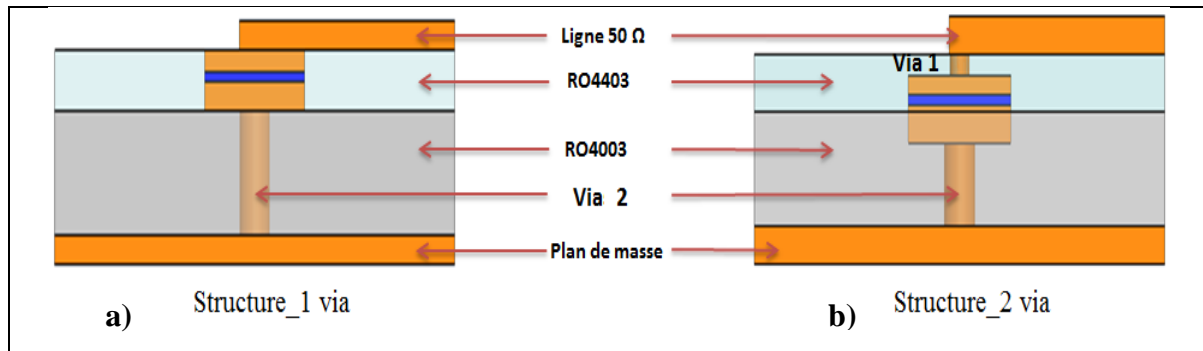


Figure IV.32 : Modèles HFSS ; a) condensateur enterré 1 via et b) condensateur enterré 2 vias

#### IV.7.2 Influence du nombre vias d'interconnexion

L'influence du nombre de vias d'interconnexion sur la fréquence de résonance globale est étudiée à partir des structures présentées dans la figure IV.32 (1 seul via pour la structure\_1, deux vias pour la structure\_2).

La figure IV.33 présente la variation de l'impédance en fonction de la fréquence dans la gamme de [10 MHz – 10 GHz]. La valeur de la capacité des deux structures est de 16,7 pF à 10 MHz. La fréquence de résonance est approximativement égale à 1,7 GHz.

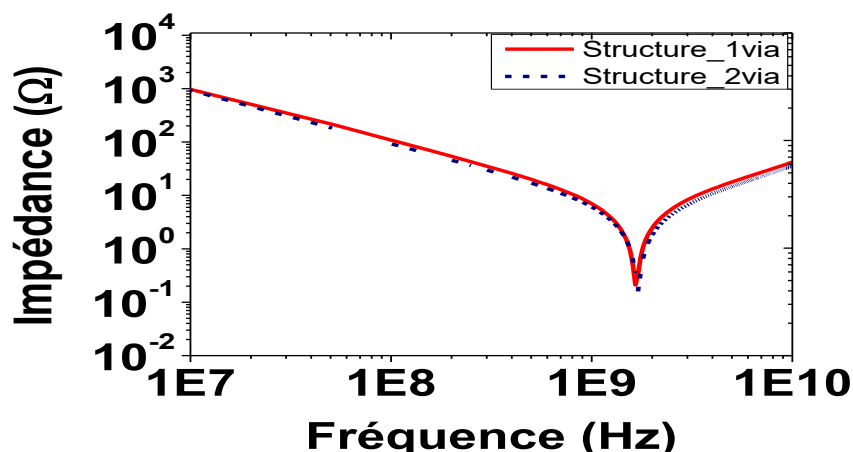
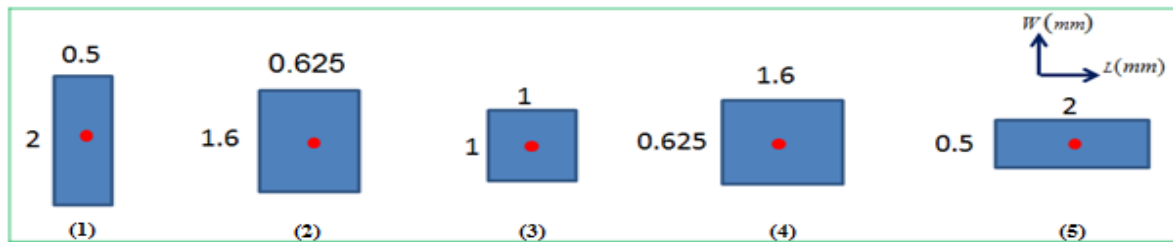


Figure IV.33 : Impédance des structures enterrées avec 1 et 2 vias

En utilisant la relation (IV.22), une inductance de 0,52 nH est calculée. La longueur totale du via de la structure (a) est la même que celle de la structure (b) avec deux vias. Et puisque les deux structures ont une même valeur d'inductance et de capacité, alors, nous pouvons en conclure que le nombre de vias dans le cas de notre configuration n'a pas d'influence sur la fréquence de résonance.

### IV.7.3 Influence de la géométrie des électrodes

L'influence de la géométrie des électrodes est étudiée dans le cas de la structure avec deux vias (voir figure IV.32.b). La figure IV.34 représente les différentes configurations, numérotées de 1 à 5, des électrodes du condensateur. Les condensateurs ont la même surface ( $1 \times 1$  mm<sup>2</sup>). Tous les vias de connexion reliés au condensateur sont centrés (via en couleur rouge). La variation de la géométrie des électrodes est considérée dans le sens de la longueur L et / ou la largeur W. Dans les deux cas, d'après la formule (IV.17), la valeur de la capacité du condensateur est la même pour une surface identique.

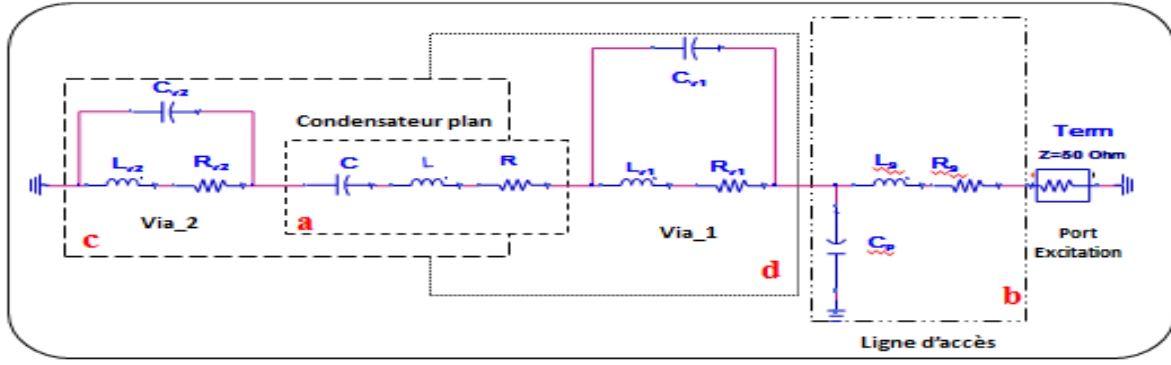


**Figure IV.34 : Différentes configurations étudiées des électrodes pour une même surface**

L'étude de l'influence de la géométrie des électrodes est effectuée en deux temps : nous effectuons d'abord une simulation électrique sous ADS pour chaque configuration, puis nous procédons à une simulation EM sur les configurations (1) et (5).

La figure IV.35 présente le circuit équivalent électrique réalisé à partir du condensateur enterré à deux vias (figure IV.32-b) à l'aide du logiciel ADS. Chaque élément du circuit est obtenu à partir de son modèle analytique.





**Figure IV. 35 : Modèle électrique du condensateur enterré 2 vias (figure IV.32-b) sous ADS**

Les différents blocs correspondent aux modèles électriques suivants:

- a- Condensateur plan simple,
- b- Ligne micro-ruban
- c- Via 2 connecté à l'électrode inférieure du condensateur et au plan masse
- d- Via 1 connecté à l'électrode à la ligne micro-ruban et à l'électrode

Enfin le bloc complet représente le modèle électrique du condensateur enterré avec deux vias.

La figure IV.35-a représente le modèle électrique R, L et C du condensateur. La valeur de la capacité C est calculée à partir de l'équation 18. Les pertes inductives et résistives provenant des électrodes du condensateur sont obtenues respectivement à l'aide des équations (IV.23) et (IV.24) [Gol01].

$$L(\mu H) = 0.125L \left[ \ln\left(\frac{2L}{W}\right) + 0.5 + \left(\frac{2W}{9L}\right) \right] \quad (23)$$

$$R(\Omega) = \frac{\rho l}{s} \quad (24)$$

La longueur  $l$  et la largeur  $w$  du condensateur sont en mètre (m).

L'inductance et la résistance des vias sont calculées à partir des relations suivantes [Gol91]:

$$L(pH) = \frac{\mu_0}{2\pi} \left[ h \ln\left(\frac{h + \sqrt{r^2 + h^2}}{r}\right) + \frac{3}{2}(r - \sqrt{r^2 + h^2}) \right] \quad (25)$$

$$R_{via} = R_{dc} \sqrt{1 + \frac{f}{f\delta}} \quad (26)$$

Avec

$$f_{\delta} = \frac{1}{\pi \mu_0 \sigma t^2}$$

h et r représentent respectivement la hauteur et le rayon du via.  $\sigma$  et t correspondent respectivement à la conductivité et l'épaisseur du métal.

Le tableau IV.5 représente l'influence de la géométrie des électrodes selon le type de configuration. Les valeurs minimales et maximales de l'inductance sont 0,6 nH et 2 nH données par les configurations (1) et (5) respectivement. Pour des raisons de simplicité, en conception et en fabrication, notre choix porte sur la configuration (3) qui a une valeur d'inductance de 0,8 nH.

Géométrie des électrodes (mm)	0,5L*2W	0,625L*1,6W	L*W	1,6L*0,625W	2L*0,5W
Inductance (nH)	0,6	0,7	0,8	1,2	2

**Tableau IV.5 : Représentation de la valeur d'inductances en fonction de la géométrie des électrodes**

Pour observer l'influence de la géométrie des électrodes en simulations EM, deux configurations sont réalisées sous HFSS à partir de la structure du condensateur enterré à deux vias. Les configurations de la géométrie des électrodes des figures IV.34:(1) et (5) sont étudiées.

Sachant que la géométrie des lignes et vias d'accès ainsi que la surface du condensateur ne varient pas d'une part et que le contact de via est centré sur l'électrode enfouie d'autre part, la valeur de la capacité et celle de l'inductance globale de la structure ne doivent pas varier et un comportement fréquentiel identique est attendu. Ceci est vérifié par la simulation en figure IV.36.

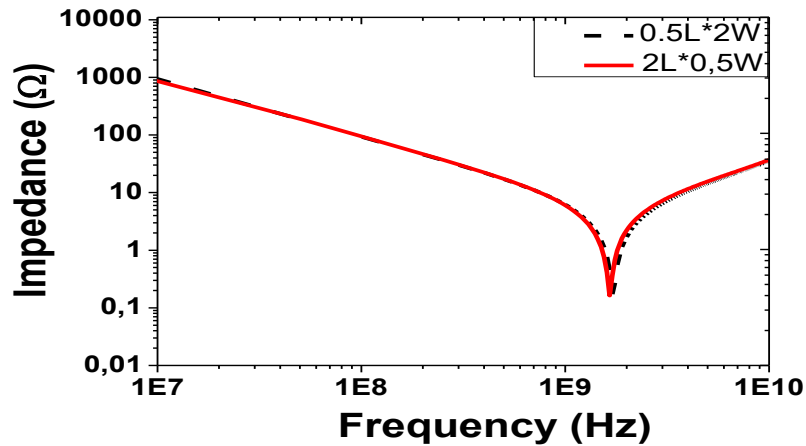


Figure IV.36 : Variation de l'impédance du condensateur en fonction de la fréquence pour deux configurations de la géométrie des électrodes

#### IV.7.4 Influence de la position des vias

Pour comprendre l'influence de la position des vias sur la fréquence de résonance de la structure globale, nous avons effectué une simulation EM des structures représentées dans la figure IV.35. Dans le cas présent, la géométrie des électrodes et la surface des condensateurs ( $1 \times 1$ ) mm<sup>2</sup> sont identiques. Les cinq structures présentent les mêmes caractéristiques (longueurs des accès, des vias, épaisseurs des substrats etc...) que celle de la structure avec deux vias étudiée dans le paragraphe IV.32.b. Seule la position du condensateur et celle du via (2) relié au plan de masse changent.

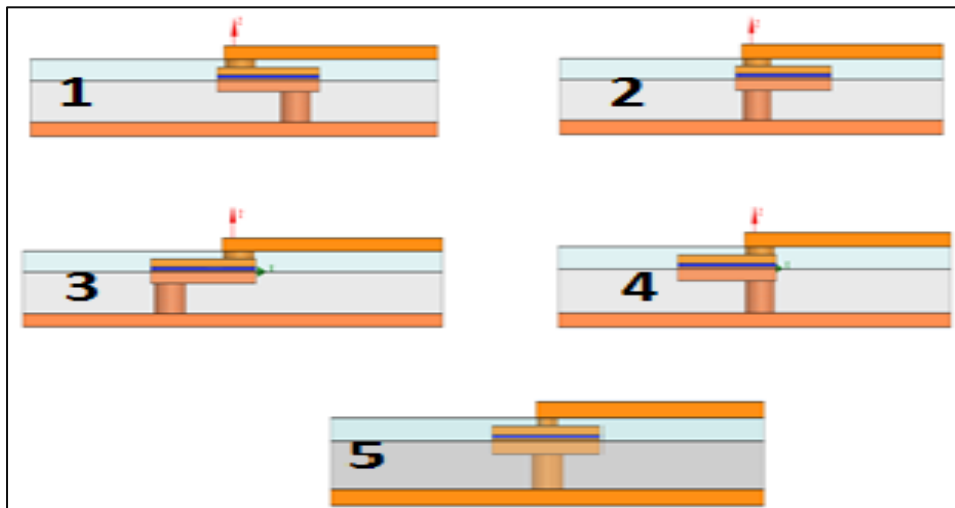


Figure IV.37 : Influence de la position des vias

Le tableau IV.6 donne la fréquence de résonance et l'inductance obtenues pour chacune des structures considérées. L'inductance est calculée à partir de la formule (IV.22).

Structures	N°3	N°4	N°5	N°2	N°1
Fréquence de résonance (GHz)	1.56	1.66	1.7	1.8	1.9
Inductance (nH)	0,63	0,55	0,52	0,47	0,42

**Tableau IV.6 : Variation de l'inductance en fonction de la fréquence**

L'analyse des résultats de simulation EM des 5 topologies dans le tableau IV.6 montrent une différence de 0,34 GHz sur la valeur maximale et minimale de la fréquence de résonance. Cette différence est due à une forte valeur d'inductance introduite par la configuration 3. La structure numéro 5 présente la fréquence de résonance intermédiaire (1,7 GHz).

#### ***IV.7.5 Discussion des résultats sur les règles de conception***

Dans ce paragraphe, nous avons présenté plusieurs règles de conception permettant de prévenir l'influence des effets parasites sur la fréquence de résonance du circuit global.

Les résultats de simulations EM obtenus dans les paragraphes IV.7.2 (figure IV.33) et IV.7.3 (Figure IV.36) montrent que le nombre de vias d'interconnexion et la géométrie des électrodes n'influent pas sur la fréquence de résonance. Cependant, nous obtenons une variation de la fréquence de résonance lorsque la position des vias d'interconnexion par rapport au condensateur enterré change [Wad13]<sup>2</sup>.

Les résultats de simulation électrique présentés dans le paragraphe IV.7.3 (tableau IV.6) sur la géométrie des électrodes et ceux de la simulation EM sur la position des vias dans le paragraphe IV.7.4 (tableau IV.6) permettent de valider le choix de la configuration de la structure avec les vias connectés au centre des électrodes car elle présente la fréquence de résonance intermédiaire.

### **IV.8 Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'influence de l'intégration du condensateur à l'intérieur du circuit imprimé.

Dans la première partie, nous avons étudié la structure simple du condensateur plan et l'influence de son intégration partielle dans le PCB. La comparaison des résultats de

simulation des deux structures, condensateur isolé (structure 1 sous Momentum) et condensateur semi-enterré (structure 2 sous HFSS) après de-embedding a montré une bonne concordance des résultats.

Par ailleurs les résultats obtenus ainsi par simulation sont très proches de ceux obtenus en mesure pour un condensateur plan identique avec une différence de 9% à la fréquence de résonance [Ben13]. Cela a permis de valider la méthode de de-embedding proposée et le modèle réalisé sous HFSS.

Dans la première partie du chapitre, l'utilisation de matériaux diélectriques dont la permittivité relative varie fortement en fréquence a permis d'élaborer une approche permettant de prendre en compte sa dépendance en fonction de la fréquence.

Dans le second paragraphe, nous avons étudié le comportement du condensateur une fois enterré dans le PCB. Pour cela, deux structures enterrées sont réalisées : la première est montée en parallèle et la seconde en série. A l'issue de l'étude menée au chapitre précédent, deux séries d'échantillons sont sélectionnés pour l'étude des structures enterrées. La première série présente une permittivité relative stable en fréquence alors que la seconde varie avec la fréquence.

Dans le cas du matériau stable étudié avec le modèle en parallèle, une bonne concordance est obtenue entre les résultats du modèle EM et ceux obtenus expérimentalement avec une différence de 11% sur la valeur de la fréquence de résonance.

Dans la seconde partie, nous avons étudié dans le cas du modèle en parallèle et série, un condensateur enterré dont la permittivité relative varie avec la fréquence. La comparaison des résultats de simulations EM et de mesure montre un écart de 25 et 30% sur les valeurs de la fréquence de résonance respective de la structure en parallèle et en série. Dès lors, la dépendance de la permittivité relative à la fréquence a été déterminée et prise en compte dans le simulateur HFSS. Finalement une bonne corrélation entre les résultats de mesure et de simulations EM est obtenue. Ceci nous a permis de valider les modèles EM des structures en parallèle et en série ainsi que la méthodologie proposée permettant de prendre en compte la dépendance de la permittivité avec la fréquence.

Dans la dernière partie, nous avons étudié des règles de conception permettant de comprendre l'influence des vias d'interconnexion (leurs nombres et leurs positions) et de l'effet de la géométrie des électrodes.

Les résultats de simulations EM obtenus montrent que le nombre de vias d'interconnexion et la géométrie des électrodes n'influent pas sur la fréquence de résonance. Cependant, la fréquence de résonance change selon la position des vias d'interconnexion par rapport au condensateur.

Enfin, les résultats de simulation électrique présentés dans le paragraphe IV.7.3 (tableau IV.5) sur la géométrie des électrodes et ceux de la simulation EM sur la position des vias dans le paragraphe IV.7.4 (tableau IV.7.6) permettent de valider le choix de la configuration de la structure avec les vias connectés au centre des électrodes car elle présente la fréquence de résonance intermédiaire. De plus elle est plus facile à mettre en œuvre en conception et en fabrication.



## **CONCLUSION GENERALE**





## Conclusion générale

Ces travaux ont eu pour objectif de contribuer aux développements de condensateurs à base de matériaux hybrides céramique/polymère intégrés entre les couches internes des circuits imprimés pour des applications à hautes fréquences.

Dans le premier chapitre, nous avons montré qu'en 2012, la production mondiale des composants passifs représentent 13,1 % de la part du marché soit environ 45 Mds €. En effet la production mondiale des condensateurs est largement dominée par l'Asie-Pacifique. Or, contrairement à leur nombre, les composants passifs représentent plus de deux tiers des composants utilisés dans une carte électronique. Dans ce chapitre, nous avons également présenté l'évolution de la technologie des composants passifs qui commence tout d'abord aux composants traversant le circuit imprimé vers les années 1950 passant aux composants CMS (années 1980) jusqu'aux composants passifs enterrés dans le PCB (années 2000). Parmi les composants passifs enterrés, nous avons particulièrement étudié les condensateurs enterrés. Enfin, dans la dernière partie de chapitre, nous avons étudié l'état de l'art des matériaux hybrides céramique/polymère. La structure cœur@écorce permettant de réduire les agglomérats a retenu notre attention.

Dans le deuxième chapitre, nous avons d'abord introduit les phénomènes de polarisation dans les matériaux diélectriques avant de présenter les procédés de synthèses et de formations des composants fabriqués. En effet, parmi toutes les gammes de matériaux fabriquées, l'ensemble des dépôts présentent une bonne homogénéité hormis la série V (CI-Po) composée des particules de CIRIMAT et de Polyrise où nous avons observé une mauvaise dispersion avec une faible distribution. De même, des analyses chimiques effectuées par EDX ont révélé des traces d'impuretés dans les matériaux des structures cœur@écorce ( $\text{BaTiO}_3$ @polyester) la série IV et V qui ont été certainement introduits lors de la synthèse des structures cœur@écorce. Enfin, des agglomérats ont été observés dans la série I (G-GC\_1) pour les forts taux de charges (60%).

Le troisième chapitre a été consacré à la caractérisation électrique des matériaux hybrides céramique/polymère. Parmi toutes les gammes des matériaux étudiés, celles des structures cœur@écorce de la série IV (cœur inorganique de  $\text{BaTiO}_3$  enrobé d'une écorce organique de polyester hyper-ramifiée sur laquelle sont greffées des fonctions chimiques

méthacrylates assurant les liaisons avec les autres particules) présente les valeurs de permittivité les plus élevées ( $\epsilon' = 9,69$ ) et donc des capacités supérieures ( $C = 155 \text{ pF}$ ) à 10 kHz pour des épaisseurs de diélectrique sensiblement identiques ( $e \approx 55 \mu\text{m}$ ) et une charge massique de 27 % de  $\text{BaTiO}_3$ . Cependant cette structure présente des valeurs de pertes diélectriques plus élevées que celles des autres séries. En outre, la série I (G-GC\_1) dont les particules de  $\text{BaTiO}_3$  sont synthétisées par le laboratoire ICMCB présente une meilleure stabilité en fréquence mais également de plus faibles pertes. Cela est nécessaire pour l'application des condensateurs enterrés à des fréquences élevées.

Ensuite nous avons évalué les valeurs de courant de fuite pour deux gammes de composites. Les résultats montrent que la structure cœur@écorce présente un courant de fuite plus faible comparé à celle de la dispersion mécanique. Dans les deux cas, compte tenu des faibles valeurs de courant de fuite ( $\leq 10 \text{ nA}$ ) et du caractère non piézoélectrique des composites, deux gammes de composants à base des matériaux étudiés ont été utilisées pour l'étude des condensateurs enterrés.

Le quatrième chapitre a permis d'étudier l'influence de l'intégration des condensateurs à l'intérieur du circuit imprimé. Nous avons d'abord étudié le condensateur plan simple puis le condensateur semi-enterré. Pour cela, deux modèles ont été conçus : le premier sous Momentum et le second HFSS. Dans les deux cas, une bonne corrélation est obtenue entre les résultats de simulations EM et ceux de la mesure avec une différence de 9% à la fréquence de résonance. Ce qui a permis de valider la méthode de de-embedding proposée et les modèles électromagnétiques.

Ensuite, nous nous sommes intéressés à l'étude du condensateur intégralement enterré dans le PCB. Pour cela, deux gammes de condensateurs ont été sélectionnées. La première est à base de matériau composite stable en fréquence et la seconde varie avec la fréquence. Cette étude a été effectuée sur deux types de prototypes : l'un monté en parallèle et l'autre en série. Deux séries de condensateurs sont sélectionnés pour l'étude des prototypes. La permittivité relative de la première série est stable en fréquence alors que celle de la seconde varie avec la fréquence.

L'étude du matériau stable en fréquence est effectuée qu'avec le modèle en parallèle. Les résultats de simulations EM et de mesure présentent une bonne concordance avec une différence de 11% sur la valeur de la fréquence de résonance.

Ensuite le condensateur enterré dont la permittivité relative varie avec la fréquence est étudié dans le cas des modèles en parallèle et série. Les résultats de simulations EM et de mesure présentent un écart considérable de 25 et 30% sur les valeurs de la fréquence de résonance respective de la structure en parallèle et en série. Dès lors, la dépendance de la permittivité relative à la fréquence a été déterminée et prise en compte dans le simulateur HFSS. Finalement une bonne corrélation entre les résultats de mesure et de simulations EM est obtenue. Ceci nous a permis de valider les modèles EM des structures en parallèle et en série ainsi que la méthodologie proposée permettant de prendre en compte la dépendance de la permittivité avec la fréquence.

Enfin, pour améliorer la fréquence de fonctionnement des condensateurs enterrés, nous avons étudié des règles de conception permettant de comprendre l'influence des vias de d'interconnexions (leurs nombres et leurs positions) et de la géométrie des électrodes sur la fréquence de résonance du dispositif de test. La configuration de la structure avec les électrodes carrées et les vias centrés a retenu notre attention car elle présente une valeur d'une fréquence de résonance intermédiaire. Cela a permis de valider ainsi le choix porté sur cette configuration dans le cadre de notre étude.



## **RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES**



## Références Bibliographiques

- [3M11] 3M, “Electrical Performance, Miniaturization and EMI Advantages of Very High Capacitance Density Laminates in PCBs and IC Packaging” Presented at PCB West 2011, Santa Clara, CA, September 29, 2011.
- [Ads14] Agilent Technologies, Inc. 2013-2014 Published in USA, April 1, 2014 « site : <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5988-3326EN.pdf>).
- [Aga98] Vishal Agarwal, Premjeet Chahal, Rao R. Tummala and Mark G. Allen, “Improvements and Recent Advances in Nanocomposite Capacitors Using a Colloidal Technique”, in Proceedings of the 48th IEEE Electronic Components and Technology Conference (ECTC), pp.165-170, 1998.
- [Agi00] Agilent Technologies «4192A LF Impedance Analyser Operating and Service Manual» March 2000, site: <http://www.sonoma.edu/ese/manuals/04192-90011.pdf>.
- [Ala11] Mohammed A. Alam, Michael H. Azarian, Michael Osterman and Michael Pecht, “Failure Mechanisms in Embedded Planar Capacitors during High Temperature Operating Life (HTOL) Testing”, in the Proceedings of IPC APEX EXPO, 2011.
- [Ala12] M. A. Alam, M. H. Azarian and M. G. Pecht, «Embedded Capacitors in printed wiring board: A technological Review», Journal of Electronic Materials, Vol. 41, No. 8, 2012.
- [Ame07] D. Amey, K. Dietz, and S. Banerji, “Design, Modeling and Characterization of Embedded Capacitor Networks for Core Decoupling in the Package”, IEEE Transactions on Advanced Packaging, pp. 809-822, Vol. 30, Issue 4, 2007.
- [And]<sup>1</sup> J. Andresakis, T. Yamamoto, N. Biunno, «Design and performance of ultra-thin substrates for use as embedded capacitors», Oak-mitsui technologies.
- [And]<sup>2</sup> John Andresaki, Présentation —Faradflex — «The next generation of buried capacitance material », site internet de SANMINA-SCI: <http://www.sanmina-sci.com>.
- [And06] J. Andresakis, Kazyamazaki, Yoshifukawa, «Reduction of discrete capacitors using embedded capacitance layers », IPC 3rdInternational conference on embedded technology, Mai, 2006.
- [Ans13] <http://www.ansoft.com/products/hf/hfss>
- [And86] L.S. Anderson, G. B. Gajda and S.S Stuchly , IEEE Trans. Inst. Meas., vol. IM-35, n°1-1986.



- [Arl85] Arlt, G., D. Hennings; G. D. With, J Appl Phys 1985, 58, 1619.
- [Bah03] Inder Bahl, « Lumped elements for RF and microwave circuits », Artech house, INC, Norwood, MA, p.434, 2003.
- [Bec96] L Bechou, S Mejdi, Y Ousten, Y Danto “Nondestructive detection and localization of defects in multilayer ceramic chip capacitors using electromechanical resonances”Quality and reliability engineering international 12 (1), 43-53 - 1996.
- [Ben13] W. Benhadjala, I. Bord, L. Béchou, E. Suhir, M. Buet, F. Rougé, and Y. Ousten, 2012 IEEE 62nd Electronic Components and Technology Conference (ECTC), San Diego, CA, 2012, 2157- 2162.
- [Ben13] W. Benhadjala, Thèse en électronique, Université de Bordeaux 1, 2013.
- [Bla07] V. Blaschke, J. Victory «Accurate inductance de-embedding technique for scalable inductor models», 2007.
- [Bor06] Isabelle Bord « Etude d’un capteur de capacitif différentiel pour la détection de pluie » Thèse de Doctorat soutenue le 08 juin 2006, Université Bordeaux1, France.
- [Bue96] Buessem, W. R.; Cross, L. E.; Goswami, A. K. J Am Ceram Soc 1996, 49, 33.
- [Cha10] Choudhury «A. Dielectric and piezoelectric properties of polyetherimide/BaTiO<sub>3</sub> nanocomposites » Materials Chemistry and Physics; 2010.p.280-5
- [Chi97] Y. Chiang, D. Birnie II and W. Kingery, Physical Ceramics-Principles for Ceramic Science and Engineering, John Wiley and Sons, 1997.
- [Cho04] S. D. Cho, J. Y. Lee, J. G. Hyun, K. W. Paik, “Study on epoxy/BaTiO<sub>3</sub> composite embedded capacitor films (ECFs) for organic substrate applications”, Materials Science and Engineering B, Vol. 110 (3), pp. 233–239, 2004.
- [Cho07] S-H Choi, Il-D Kim, J-M Hong , K-H Park , S-G Oh, «Effect of the dispersibility of BaTiO<sub>3</sub> nanoparticles in BaTiO<sub>3</sub>/polyimide composites on the dielectric properties », Mater Sci Letters, Volume 61, issues 11-12, May (2007) 2478-2481.

- [Cho10] A. Choudhury, «Dielectric and piezoelectric properties of polyetherimide/BaTiO<sub>3</sub> nanocomposites», *Materials Chemistry and Physics*, Volume 121, Issues 1–2, p 280–285, 15 May 2010.
- [Cho07] S-H Choi, Il-D Kim, J-M Hong , K-H Park , S-G Oh, «Effect of the dispersibility of BaTiO<sub>3</sub> nanoparticles in BaTiO<sub>3</sub>/polyimide composites on the dielectric properties», *Mater Sci Letters*, Volume 61, issues 11-12, May (2007) 2478-2481.
- [Cms06] <http://www.techno-science.net> Histoire des CMS (composants montés en surfaces)
- [Com96], P.F. Combes, *Micro-ondes-Lignes, guides et cavités*, ISBN 10 :2100507443, Ed. Dunod, 1996.
- [Cro02] R. Croswell, et al. «Embedded Mezzanine Capacitor Technology for Printed Wiring Board », *Circuitree*, 08-01-2002.
- [Dec96] C. Decker, T.Nguyen Thi Viet, H. Le Xuan « Photoréticulation de caoutchoucs fonctionnalisés—V. Polymérisation radicalaire de caoutchoucs à groupements acrylates » *European Polymer Journal* Vol. 32, No. 5, pp. 559-567, 1996.
- [Der94] A. P. Derennes, S. Breton, P. Gelin, *JCMM Brest 94*, SI-25,1994
- [Die13] Marcus Dietrich «European passive component market statistic » *EPCIA 2013* <http://www.eeca.eu/epcia/market-data> .
- [Dou01] Joseph Dougherty, J. Galvagni, L. Marcanti, P. Sanborn, R. Charbonneau, and R. Sheffield, « The NEMI Roadmap Perspective on Integrated Passives», May 2001.
- [Dub98] J. C DUBOIS, « Les propriétés diélectriques des polymères », Thomson, CSF Orsay, *Techniques de l'ingénieur*, France, p219, Nov. 1998.
- [Fer10] Ferguson Jason, «Embedded passives » *IEEE Santa Clara Valley Chaoter, Compoents, Packaging and Manufacturing Technolgy*, Nov.10, 2010.
- [Fer01] Saul Ferguson et William J.Borland, « Embedded passive components in printed wiring boards, a technology review » *DuPont i-technologies, circuitree magazine*, 2001.
- [Fre96] Frey, M. H.; Payne, D. A. *Phys Rev B* 1996, 54, 3158.

- [Gad83] G.B Gajda, S.S Stuchly, IEEE Trans. Microwave. Theory&Technics, MTT-31, 380, 1983.
- [Gad80] G.B Gajda, S.S Stuchly, IEEE Trans. Microwave. Theory&Technics, MTT31 (5), 380, 1980.
- [Gau11] GAUD V, ROUGE F. «Modification of the surface chemistry of macromolecular species in the presence of conjugated guanidine » International patent, US2011/0015304A1.
- [Ger05] R. David Gerke, « Embedded Passives Technology», report, NASA,NEPP, July, 2005.
- [Gil14] G. Philippot et al., « Coupling in situ synchrotron radiation with ex situ spectroscopy characterizations to study the formation of  $\text{Ba}_{1-x}\text{Sr}_x\text{TiO}_3$  nanoparticles in supercritical fluids » Journal of supercritical fluids 87 ,111-117 (2014).
- [Gix13] Cabinet Gixel «Rapport d'activité 2013» source décision WSTS (World Semiconductor Trade Statistics), 2013.
- [Gol01] M. Golio, “The RF and Microwave Handbook”, 2<sup>nd</sup> Edition, p882, 2001.
- [Gol91] M. E. Goldfarb, R. A. Pucel, “Modeling via Hole Grounds in Microstrip”, IEEE Microwave and Guided Wave Letters, vol. 1, no. 6, pp 135-137, June, 1991.
- [Goy13] R.K. Goyal, S.S. Katkade, D.M. Mule, Dielectric, mechanical and thermal properties of polymer/BaTiO<sub>3</sub> composites for embedded capacitor, Composites: Part B, Vol. 44, pp. 128-132, 2013.
- [Gup81] K.C. Gupta, R. Garg and R. Chadha “Computer aided design of microwave circuits” Artech House, Dedham, USA, 1981.
- [Had09] N. Hadik, A. Outzourhit, A. Elmansouri, A. Abouelaoualim, A. Oueriagli, and E.L.Ameziane « Dielectric Behavior of Ceramic (BST)/Epoxy ThickFilms » Active and Passive Electronic Components 6 pages, 2009
- [Hip95] A. von Hippel, « Dielectrics and waves », Artech House, Boston London (1995).
- [Hub03] C. HUBER « Synthèse et caractérisation de nouveaux matériaux ferroélectriques accordables pour applications hyperfréquences » Université Bordeaux1, 13 Oct. 2003.

- [Hu07] Tao Hu, Jari Juuti, Heli Jantunen, « RF properties of BST–PPS composites », Journal of the European Ceramic Society, Vol. 27, pp. 2923-2926, 2007.
- [Jeo14] Sang-Chae JEON, Byung-Kwon YOON, Kwan-Hyeong KIM, Suk-Joong L. KANG, «Effects of core/shell volumetric ratio on the dielectric-temperature behavior of BaTiO<sub>3</sub> » Journal of Advanced Ceramics 2014, 3(1): 76–82.
- [Kak06] M.A. Kakimoto and al., « Polymer-ceramic nanocomposites based on new concepts for embedded capacitor » Materials Science and Engineering B 132, 74-78, 2006.
- [Kei08] M. Keimasi, M. H. Azarian, and M. Pecht, «Flex Cracking of Multilayer Ceramic Capacitors Assembled with Pb-Free and Tin-Lead Solders», IEEE Transactions on Device and Materials Reliability, Vol. 8, No. 1, 2008.
- [Kit 61] C. Kittel, et al. « Introduction to solid states physics », New York (1961).
- [Kob09] Y. Kobayashi, A. Kurosawa, D. Nagao, M. Konno, “Fabrication of Barium Titanate Nanoparticles- Polymethylmethacrylate Composite Films and Their Dielectric Properties”, Polymer Engineering and Science, Vol. 49, pp. 1069-1075, 2009.
- [Kri06] V Krieger, W Wondrak, A Dehbi, W Bartel, Y Ousten, B Levrier “Defect detection in multilayer ceramic capacitors” Microelectronics Reliability 46 (9), 1926-1931 2006.
- [Kuo04] Dong-Hau Kuo, Chien-Chih Chang, Te-Yeu Su, Wun-Ku Wang, Bin-Yuan Lin, «Dielectric properties of three ceramic/epoxy composites», Materials Chemistry and Physics, Vol. 85, pp. 201-206, 2004.
- [Kur95] K. Kurokawa «Power waves and scattering matrix», IEEE Trans. Microwave Theory Tech., vol. MTT-13, n°3, March 1995, pp. 194-202.
- [Li95] C. L. Li, K. M. Chen, IEEE Trans. Instr. Meas., vol 44, 19-27, 1995.
- [Li12] Zhuo Li, Yi Gao, Kyoung-Sik Moon, Allen Tannenbaum, C.P. Wong, “Nano Filler Dispersion in Polymer Composites for Electronic Packaging”, in Proceedings of the 62th IEEE Electronic Components and Technology Conference (ECTC), pp.1752-1757, 2012.
- [Lou13] H. Louanes “Etude des propriétés diélectriques et piézoélectriques dans le système ternaire: Pb<sub>0.98</sub>Ca<sub>0.02</sub> [(Zr<sub>0.52</sub>Ti<sub>0.48</sub>)<sub>0.98</sub>(Cr<sup>3+</sup><sub>0.5</sub>, Ta<sup>5+</sup><sub>0.5</sub>)<sub>0.02</sub>]O<sub>3</sub> effet du dopage” Université Mohamed Khider, 02 Mai,2013.

- [Lu06] J. Lu, K. S. Moon, J. Xu and C. P. Wong, « Synthesis and dielectric properties of novel high-K polymer composites containing in-situ formed silver nanoparticles for embedded capacitor applications », *Journal of Materials Chemistry*, 16 (16), 1543- 1548, 2006.
- [Lu07] J. Lu, K. S. Moon, B.-K. Kim, C. P. Wong, « High Dielectric Constant Polyaniline/epoxy Composites via In-situ Polymerization for Embedded Capacitor Applications », *Polymer*, 48 (6), 1510-1516, 2007.
- [LU08] Jiongxin Lu and C. P. Wong, —Recent Advances in High-k Nanocomposite Materials for Embedded Capacitor Applications», *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol. 15, No. 5, pp.1322-1328, 2008.
- [Mad01] An Madou and Luc Martens «Electrical Behavior of Decoupling Capacitors Embedded in Multilayered PCBs» *IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility*, VOL. 43, NO. 4, November 2001.
- [Mag90] J. C Mage, M. Labeyrie, « Les matériaux diélectriques pour résonateurs hyperfréquences », *L'onde électrique*, 6-13 (1990).
- [Mao10] Y. P. Mao, S. Y. Mao, Z.-G. Ye, Z. X. Xie, and L. S. Zheng, “Size-dependences of the dielectric and ferroelectric properties of BaTiO<sub>3</sub>/polyvinylidene fluoride nanocomposites”, *J. Appl. Phys.*, 108, 014102 (2010).
- [Mar87] T.P Marsland, S.Evan, *IEEE Proceedings*, 134-341, 1987.
- [Mav96] R Mavaddat « Network scattering parameters » *Advanced Series in Circuits and Systems - Vol.2*, Page 68, 1996.
- [Mcg04] D. R. McGregor, G. Sidney Cox, T. D. Lantzer, «Recent developments in polyimide-based planar capacitor laminates», 2<sup>nd</sup> International Conference on Embedded Passives, San Jose, CA, June 15-17, 2004.
- [Men09] Joseph D. Menczel and R. Bruce Prime (Edts), “Thermal Analysis of Polymers”, *Fundamentals and Applications*, Wiley, 2009.
- [Mom13] [http://eesof.tm.agilent.com/products/momentum\\_main.html](http://eesof.tm.agilent.com/products/momentum_main.html)

- [Mou95] A. Mouhsen, « Méthode de mesure large (1 MHz – 3 GHz) des propriétés électriques de matériaux à haute température : Application à l'étude des relaxations dans les céramiques BaTiO<sub>3</sub> et PLZT » Université Bordeaux1, juin 1995.
- [Mut07] P. Muthana, A. Engin, M. Swaminathan, R. Tummala, V. Sundaram, B. Wiedenman "Design, Modeling, and Characterization of Embedded Capacitor Networks for Core Decoupling in the Package" IEEE Transactions On Advanced Packaging, 2007.
- [NAV09] Valdez-Nava Z, Guillemet-Fritsch S, Tenailleau C, Lebey T, Durand B, Chane-Ching JY. « Colossal dielectric permittivity of BaTiO<sub>3</sub>-based nanocrystalline ceramics sintered by spark plasma sintering », Journal of Electroceramics, 22, pp. 238-44, (2009)
- [Nie95] Lutz Niemeyer, A Generalized Approach to Partial Discharge Modeling, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 2, No. 4, pp.510-528, 1995.
- [Oak] OAK-MITSUI Technologies, Brochure Faradflex "When enhanced Performance is required", site internet de OAK-MITSUI: <http://www.oak-mitsui.com>.
- [Ohn04] Tomoya Ohno, Daisuke Suzuki, and Hisao Suzuki, Takashi Ida, "Size Effect for Barium Titanate Nanoparticles", KONA No.22 (2004).
- [Osi11] K. OSINSKA, M. ADAMCZYK, J. DZIK, H. BERNARD, D. CZEKAJ, «Fabrication and characterization of BST60/40//PVDF ceramic-polymer composite», Archives of metallurgy and materials, (2011), volume 56, p1084-1090.
- [Pai06] K. Paik, J. Hyun, S. Lee, and K. Jang, «Epoxy/BaTiO<sub>3</sub> (SrTiO<sub>3</sub>) Composite Films and Pastes for High Dielectric Constant and Low Tolerance Embedded Capacitors in Organic Substrates», Electronics System Integration Technology Conference, pp. 794-801, Vol. 2, 2006. Dresden, Germany.
- [Pan10] Pan, M. J. and Randall, C. A. «A Brief Introduction to Ceramic Capacitors» IEEE Electrical Insulation Magazine, 2010 26(3): p. 44–50.
- [Pei] Joel S. Peiffer, « Embedded Passives Become Mainstream Technology, Finally! », site internet de 3M: <http://www.3m.com>.

- [Pop10] R. Popielarz, C. K. Chiang, R. Nozaki, and J. Obrzut, "Dielectric Properties of Polymer/Ferroelectric Ceramic Composites from 100 Hz to 10 GHz", *Macromolecules*, Vol. 34, pp. 5910-5915, 2010.
- [Poz05] David M. Pozar «Microwave engineering, 3rd Edition » John Wiley & Sons, Inc., USA, p144, 2005.
- [Pry00] John Prymark, Swapan Bhattacharya, Kyung Paik, « Fundamentals of Passives: Discrete, Integrated, and Embedded », in « Fundamentals of Microsystems Packaging », Editedf by Rao R. Tummala, Mc Graw-Hill, 2000.
- [Ral76] K. M. Ralls, T. H. Courtney and J. Wulff, «Introduction to materials science and engineering », New York (1976).
- [Rao00] Y Rao, J Qu, T Marinis, CP Wong « A precise numerical prediction of effective dielectric constant for polymer-ceramic composite based on effective-medium theory » *IEEE Trans. Components and Packaging* Vol.23, 680-683, 2000.
- [Rao01] Rao R. Tummala et al., *Fundamentals of Microsystems Packaging, Chapitre 11*, J. Prymak, S. Bhattacharya et K. Paik "Fundamentals of Passive : discrete, integrated and embedded", McGraw-Hill, New York (2001), pp. 420-465
- [Rao02] Y. Rao, S. Ogitali, P. Kohl, C.P. Wong «Novel polymer–ceramic nanocomposite based on high dielectric constant epoxy formula for embedded capacitor application», *Journal of Applied Polymer Science*, (2002), Volume 83, n°5, p. 1084 à 1090.
- [Rao04] Y. Rao, J. Yue, and C. Wong, «Material Characterization of a High-Dielectric-Constant Polymer–Ceramic Composite for Embedded Capacitor for RF Application » *J. Appl. Polym. Sci.*92, 2004, 2228-2231.
- [Ray08] C. Raya, «Modélisation et optimisation de transistors bipolaires à hétérojonction Si/SiGe hultarapides pour applications millimétriques», 2008.
- [Rec97] J. Rector, J. Dougherty, V. Brown, J. Galvagni, and J. Prymark, *Electronic Components and Technology Conference* ( San Jose, CA, 1997) pp. 713-723.
- [Rec98] Rector, J., «Economic and Technical Viability of Integral Passives », *IEEE Electronic Components & Technology Conference* 1998.

- [Rog] Rogers, [www.rogerscorp.com/acm/products/54/RO4003C-Laminates.aspx](http://www.rogerscorp.com/acm/products/54/RO4003C-Laminates.aspx)
- [San0] Sanmina-sci «PCB fabrication – embedded passives – buried capacitance» site internet de Sanmina-sci: <http://www.sanmina-sci.com>, 2009.
- [Ser14] <http://www.serfiab.com>
- [Son00] Song, L., “Embedded Passive Components”, 2000.
- [Swa90] Swartz, «Topics in Electronic Ceramics », IEEE Transactions on Electrical Insulation, pp. 935-987, Vol. 25, No. 5, 1990.
- [Tah88] N. Belhadj-Tahar, A. Fourier Lama et H. Dechanterac, IEEE Trans. Microwave Theory Tech., vol.MTT-38,1988.
- [Tei11] M. Teirikangas, J. Juuti, and H. Jantunen «Organic-inorganic RF composites with enhanced permittivity by nanoparticle additions» Progress In Electromagnetics Research, Vol. 115, 147–157, 2011.
- [Toh91] N. Tohge, S. Takahashi and T. Minami, «Preparation of PbZrO<sub>3</sub>-PbTiO<sub>3</sub> ferroelectric thin films by the sol-gel process », J. Am. Ceram. Soc., Vol. 74, Vol. 67-71, 1991.
- [Tum01] Tummala, R. R., «Fundamentals of Microsystems Packaging », McGraw-Hill, New York, 2001.
- [Tur81] Edith Turi (Edt), “Thermal Characterization of Polymeric Materials”,Elsevier, 1981
- [Uhe] Radim Uher, Tomas Zednicek,“Ultrathin Discrete Capacitors for Emerging Embedded Technology”, AVX, AKYOCERA Group Company.
- [Ulr00] Ulrich R.K., Brown W.D., Ang S.S. et al., «Getting Aggressive with Passive Devices », Circuits and Devices Magazine, (2000), Volume 16, n°5,p. 16 à 25.
- [Ulr03]<sup>1</sup> Richard K. Ulrich, « Introduction » in « Integrated Passive Component Technology », Edited by Richard K. Ulrich and Leonard W. Shaper, IEEE Press, Wiley Interscience, 2003.
- [Ulr03]<sup>2</sup> Ulrich, R.K. and Schaper, L.W. « Integrated Passive Component Technology », IEEE Components, Packaging & Manufacturing Technology Society, 2003.



[Vo02] H.T. Vo, F. Shi, « Towards model-based engineering of optoelectronic packaging materials : dielectric constant modeling » *Microelectronics Journal*, 409-415, 2002

[Voi13] Christophe Voisin, Sophie Guillemet-Fritsch, Pascal Dufour, Christophe Tenailleau, Hyuksu Han, Juan C. Nino, «Influence of Oxygen Substoichiometry on the Dielectric Properties of BaTiO<sub>3-δ</sub> Nanoceramics Obtained by Spark Plasma Sintering », *International Journal of Applied Ceramic Technology*, Volume 10, Issue 2, (2013).

[Wad03] Satoshi Wada, Hiroaki Yasuno, Takuya Hoshina, Song-Min Nam, Hirofumi Kakemoto and Takaaki Tsurumi, “Preparation of nm-Sized Barium Titanate Fine Particles and Their Powder Dielectric Properties”, *Jpn. J. Appl. Phys.* 42 (2003) pp. 6188-6195

[Wad05] S. Wada, T. Hoshina, H. Yasuno, S.-M. Nam, H. Kakemoto, T. Tsurumi and M. Yashima, “Size Dependence of Dielectric Properties for nm-Sized Barium Titanate Crystallites and Its Origin”, *Journal of the Korean Physical Society*, Vol. 46, No. 1, January 2005, pp. 303-307

[Wad06] Satoshi Wada, Takuya Hoshina, Hiroaki Yasuno, Masanori Ohishi, Hirofumi Kakemoto, Takaaki Tsurumi, Masatomo Yashima, “Size Effect of Dielectric Properties from Barium Titanate Particles and its Model”, *Key Engineering Materials* (Volume 301), 2006, pp.27-30

[Wad08] Satoshi WADA, Shuhei KONDO, Chikako MORIYOSHI, and Yoshihiro KUROIWA, “Preparation of Highly Dispersed Barium Titanate Nanoparticles from Barium Titanate Oxalate Nanoparticles and Their Dielectric Properties”, *Japanese Journal of Applied Physics*, Vol. 47, No. 9, 2008, pp. 7612–7616

[Wan10] WANG F., LI W., JIANG H. et al., “Preparation and dielectric properties of Ba<sub>0.95</sub>Ca<sub>0.05</sub>Ti<sub>0.8</sub>Zr<sub>0.2</sub>O<sub>3</sub>-polyethersulfone composites”, *Journal of Applied Physics*, Volume 107, n°4, p. 043528-1 à 043528-4, 2010.

[Wad13]<sup>1</sup> M. Wade, I. Bord-Majek, T. Dubois, G. Duchamp “Etude de condensateurs enterrés à base de nanocomposites céramique/polymère” *Journée de l'Ecole Doctorale des Sciences Physiques et de l'Ingénieur SPI*, Bordeaux, France, 5 Mars 2013.

[Wad13]<sup>2</sup> M. Wade, I. Bord-Majek, T. Dubois, G. Duchamp “ Conception, simulation et réalisation de condensateurs enterrés à base de nanocomposites pour des circuits hautes

fréquences” Proceedings des 16<sup>ème</sup> Journées Nationales du Réseau Doctoral de Microélectronique JNRDM, Grenoble, 10-12 Juin 2013.

[Wad14] M. Wade, I. Bord-Majek, T. Dubois, G. Duchamp “Methodology Based on Experiments and 3-D EM Simulations for Frequency Characterization of Buried Capacitors” ESTC Helsinki, Finlande September 16 – 18, 2014.

[Wad15] M. Wade, I. Bord-Majek, Bruno Levrier, T. Dubois, G. Duchamp “Leakage current measurements of core/shell hyperbranched polyester/BaTiO<sub>3</sub> composites for embedded capacitors” International Conference on Multifunctional, Hybrid and Nanomaterials, Sitges, Spain 9-13 March 2015.

[Wan05] L. Wan, P. M. Raj, D. Balaraman, P. Muthana, S. K. Bhattacharya, M. Varadarajan, I. R. Abothu, M. Swaminathan and R. Tummala, «Embedded Decoupling Capacitor Performance in High Speed Circuits », ECTC, 2005.

[WAN11-2] F.J. Wang, W. Li, M.S. Xue, J.P. Yao, J.S. Lu, “BaTiO<sub>3</sub>–polyethersulfone nanocomposites with high dielectric constant and excellent thermal stability”, Composites: Part B, Vol. 42, pp. 87-91, 2011.

[Was97] R. Waser, “Integrated Ferroelectrics”, p.-39-46, 1997.

[Win01] Hitesh Windlass, P. Markondya Raj, Devarajan Balaraman, Swapan K. Bhattacharya, and Rao R. Tummala, “Processing of Polymer-Ceramic Nanocomposites for System-On-Package Applications”, in Proceedings of the 51th IEEE Electronic Components and Technology Conference (ECTC), pp.1201-1206, 2001.

[Wun05] Bernhard Wunderlich (Edt), “Thermal analysis of polymeric materials”, Springer, 2005.

[Xia13] Qing Xiao, Lei Li, Bing Qing Zhang, Xiang Ming Chen, “Polyvinylidene fluoride-modified BaTiO<sub>3</sub> composites with high dielectric constant and temperature stability”, Vol. 39, Supplement 1, pp. S3–S7, 2013.

[Xu06] J. Xu, S. Bhattacharya, P. Pramanik, and C. Wong, “High Dielectric Constant Polymer-Ceramic (Epoxy-Varnish-Barium Titanate) Nanocomposites at Moderate Filler Loadings for Embedded Capacitors,” Journal of Electronic Materials, pp. 2009-2015, Vol. 35, No. 11, 2006.

[Xu06]<sup>2</sup> Jianwen Xu, Swapan Bhattacharya, Kyoung-sik Moon, Jiongxin Lu, Brian Englert and C.P. Wong, “Large-Area Processable High  $\kappa$  Nanocomposite-Based Embedded Capacitors”, Proceedings of the 2006 Electronic Components and Technology Conference (ECTC), pp. 1520-1532, 2006.

[Yau07] K.H. K. Yau, A. M. Mangan, P. Chevalier, P. Schvan, S.P. Voinigescu, «Transmission-line based technique for de-embedding noise parameters», PIERS, 2007.

[Yen09] Hsiao-Tsung Yen, Tzu-Jin Yeh, Sally Liu, «A physical de-embedding method for silicon based device applications, PIERS », 2009.

[Zha06] Jian Zhang, Tadeusz Kwasniewski, «Embedded Decoupling Capacitors for Advanced Package & Board Design», Proceedings of the Capacitor and Resistor Technology Symposium (CARTS), Orlando, FL, April 2006, pp. 297-303.

[Zha13] Xianhong Zhang, et al. “Preparation and dielectric properties of core/shell structural composites of poly(1H, 1H,2H, 2H perfluorooctyl methacrylate)@BaTiO<sub>3</sub> particles” Applied Surface Science 277, 121-127 (2013).

[Zho03] J. Zhou, J. D. Myers, and J. J. Felten, “Embedded Passives Technology for PCBs: Materials, Design, and Process”, IMAPS, 2002.

## **ANNEXE**



## DSM Composite Resins



PLUS D'INFORMATIONS ?  
VISITEZ NOTRE SITE  
EN CLIQUANT SUR CE LIEN  
[www.dilfrance.com](http://www.dilfrance.com)

## Synolite 0328-A-1

## Applications principales

La Synolite 0328-A-1 est principalement utilisée pour la fabrication d'inclusions transparentes et l'enrobage.

## Propriétés principales

La Synolite 0328-A-1 est une résine de polyester insaturé de type orthophtalique, stabilisée aux UV, pré-accéléérée avec de l'octoate de cobalt, ayant un pic exotherme bas, un faible retrait de polymérisation et une haute brillance après polymérisation.

## Propriétés physiques de la résine polymérisée non chargée (valeurs usuelles)

Propriétés	Valeur	Unité	TM
Densité, 20 °C	1100 env.	kg/m³	2190
Retrait volumique	6,1	%	-
Contrainte en traction	56	MPa	ISO 527-2
Allongement à la rupture	1,6	%	ISO 527-2
Contrainte en flexion	83	MPa	ISO 178
Module d'élasticité en flexion	4,1	GPa	ISO 178
Température de fléchissement sous charge (HDT)	55	°C	ISO 75-A
Durabilité	43	Barril	2804
Degré Martens	49	°C	DIN 53549

## Spécifications du produit

Spécifications	min. - max.	Unité	TM
Viscosité, 23°C	360-620	mPa.s	2013
Couleur, Lico 200	0-30	API9A	2017
Extrait sec, IR	63-65	%	2033
Indice de réfraction, 23 °C	1,545-1,547	-	2150
Aspect	limpide	-	2205
Teneur en eau	0 - 1000	ppm	2350
Indice d'acide sur le sec	12-18	mg KOH/g	2401
Temps de 25 à 35 °C	19 - 23	minutes	2625
Temps de 25 °C au pic	42 - 57	minutes	2625
Pic exotherme	40 - 50	°C	2625

## Remarques

TM 2013: 23 °C - spindle Z 2- 100, S-1

TM 2265: Couleur bleue

TM 2625: 25 °C, 100g résine + 0.8g Butanox M50 (Akzo)

## Spécifications de la résine liquide (valeurs usuelles)

Propriétés	Valeur	Unité	TM
Densité, 20 °C	env. 1100	kg/m³	2190
Point éclair	env. 33	°C	2800
Stabilité, non catalysée, à l'obscurité, 25 °C	6	mois	-

## Caractéristiques de polymérisation et système catalytique

Propriétés	Valeur	Unité	TM
Temps de gel 25 °C - 35 °C	19 - 23	minutes	2625

## Conditions polymérisation

Les caractéristiques de gélification sont obtenues à 25 °C avec 0,8 g de peroxyde de méthyléthylcétone (\*) dans 100 g de résine (TM 2625)

## Recommandations avant utilisation

La résine doit être conditionnée à 15 °C minimum avant utilisation, afin d'obtenir une réticulation suffisante.

## Conditions de stockage

La résine doit être stockée dans un endroit sec, à une température comprise entre 5 et 30 °C, dans les emballages d'origine ni ouverts ni abîmés. La durée de vie au stockage des résines polyesters contenant du styrène, sera réduite si celles-ci sont exposées à la lumière. A stocker seulement dans l'obscurité et dans des containers 100% étanches à la lumière.

## Sécurité

Les principales données de sécurité concernant ce produit sont regroupées sur la fiche de données de sécurité correspondante, que nous tenons à la disposition des utilisateurs.

## Méthodes d'essais

Les méthodes d'essais (TM) sont disponibles sur demande.



Bien que les faits et suggestions dans cette publication soient basés sur nos propres recherches et considérés comme fiables, nous ne pouvons assumer aucune responsabilité de quelle nature que ce soit, pour les performances ou des résultats obtenus par l'utilisation de nos produits décrits ici, de même que nous n'acceptons aucune responsabilité juridique pour une partie ou des dommages causés directement ou indirectement par nos produits. L'utilisateur est tenu de contrôler la qualité, la sécurité et toutes les autres propriétés des produits. Aucun dérivé dans la présente ne doit être considéré comme en agissant, en soit ou être recommandé pour toute usage autre que l'usage ou l'usage breveté sans licence.

Version: 000458/3.0

Date de la version: Septembre 2001

Silco Sodal - DSM Resins bv P.O. Box 615 8800 AP Zwolle La Paz S.A.  
Tel: (+31) 8558 - 450000 Fax: (+31) 8558 - 450000 Site Internet: [www.dsmresins.nl](http://www.dsmresins.nl)



## Résumé

La miniaturisation croissante des systèmes électroniques implique de réduire la taille des composants électroniques, en particulier des composants passifs (condensateurs, résistances et inductances), notamment les condensateurs, volumineux et de surcroît nombreux. Pour répondre à cette attente, une des options est d'intégrer « enterrer » les couches capacitatives dans le circuit imprimé à base de matériaux composites céramique/polymère. Dans un premier temps, plusieurs types de matériaux composites à base de nanoparticules de céramique ( $\text{BaTiO}_3$  et  $\text{BaSrTiO}_3$ ) et de polyester pour des condensateurs enterrés sont développés. Ensuite, la permittivité  $\epsilon'$  et les pertes diélectriques des composites sont évaluées dans les gammes de fréquences entre [10 kHz – 10 MHz] et [1 GHz – 5 GHz]. En vue d'intégrer ces composants à l'intérieur du circuit imprimé parfois souple et flexible, le comportement piézoélectrique des composites est évalué. La mesure du courant de fuite permettant d'effectuer une analyse qualitative des matériaux composites a été également effectuée.

Au niveau de l'étude des condensateurs enterrés dans le circuit imprimé, deux structures de tests ont été réalisées : l'une montée en parallèle et l'autre en série. L'étude est réalisée sur deux gammes de condensateurs. La première est à base de matériau composite stable en fréquence et la seconde varie avec la fréquence. Pour cela, une méthode originale qui permet d'extraire la variation de la permittivité  $\epsilon_r(f)$  à haute fréquence a été développée. La méthode se repose principalement sur l'utilisation des résultats de mesure de la permittivité relative du condensateur en basse fréquence, et les résultats de la valeur de la fréquence de résonance obtenue en simulation électromagnétique.

Enfin, pour améliorer la fréquence de fonctionnement des condensateurs enterrés, des règles de conception permettant de comprendre l'influence des vias de connexions et de la géométrie des électrodes sur la fréquence de résonance du dispositif de test sont étudiées.

### Mots clés :

Matériaux hybrides céramique/polymère

Condensateurs enterrés

Caractérisation électrique de composite

Caractérisation ARV / simulation EM 3D HFSS

Courant de fuite

Règles de conception

Piézoélectricité



## Abstract

The increasing miniaturization of electronic systems involves reducing the size of electronic components, in particular passive components (capacitors, resistors and inductors), including capacitors, large and many more. To meet this expectation, one of the options is to integrate "bury" the capacitive layers based on ceramic / polymer composites in the PCB. In a first step, several types of composite materials based on nanoparticle ceramic ( $\text{BaTiO}_3$  and  $\text{BaSrTiO}_3$ ) and polyester for buried capacitors are developed. Then, the permittivity  $\epsilon'$  and the dielectric losses of the composites are measured in the ranges of frequencies between [10 kHz - 10 MHz] and [1 GHz - 5 GHz]. To integrate these components within the PCBs sometimes soft and flexible, the piezoelectric behavior of composites is evaluated. The measurement of leakage current to perform a qualitative analysis of composite materials was also made.

At the level of the study of buried capacitors in the circuit board, two test structures were carried out: one mounted in parallel and the other in serial. The study is produced in two ranges of capacitors. The study is conducted on two capacitors ranges. The first case, the relative permittivity does not depend on the frequency while in the second case the frequency dependence is taken into account. For this, an original method which allows to extract the permittivity  $\epsilon_r(f)$  variation in high-frequency was developed. The method is mainly based on the use of measurement results of the relative permittivity of low-frequency capacitor, and the results of resonance frequency value obtained by 3D HFSS electromagnetic simulation. Finally, to improve the operating frequency of the buried capacitors, design rules allowing understand the influence of the vias and geometry of electrodes on the resonant frequency of the structures are studied.

### Key words:

Ceramic/polymer hybrid materials

Embedded capacitors

Electrical characterization of composites

VNA characterization / EM 3D-HFSS

Leakage current

Design rules

Piezoelectricity

**Title : Evaluation of embedded capacitors based on ceramic/polymer materials for high frequency applications**